

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

103 14 203 7 / 0 0 3 2 8 8

21.04.2004



REC'D 06 MAY 2004

WIPO

PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 14 203.7

Anmeldetag: 28. März 2003

Anmelder/Inhaber: Stockhausen GmbH & Co KG,
47805 Krefeld/DE;
Degussa AG,
40474 Düsseldorf/DE.

Bezeichnung: Verfahren zur Abtrennung von Monomeren
aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzung

IPC: C 07 C, C 07 B

BEST AVAILABLE COPY

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 01. April 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Kahle

VERFAHREN ZUR ABTRENNUNG VON MONOMEREN AUS EINER MONOMER-HALTIGEN ZUSAMMENSETZUNG

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von einem mindestens eine Doppelbindung aufweisenden Monomeren, nachfolgend „Monomer“ genannt, insbesondere (Meth)Acrylsäure, aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzung, eine Vorrichtung zur Herstellung eines Monomers, die Verwendung von Zusatzstoffen zur Abtrennung von einem Monomeren aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzung, die durch das erfindungsgemäße Verfahren erhältlichen Monomere, chemische Produkte beinhaltend dieses Monomer sowie die Verwendung dieses Monomers in oder zur Herstellung von chemischen Produkten.

15

Bei dem erfindungsgemäßen Monomer handelt es sich um dem Fachmann geläufige Monomere, die in der Kunststoffsynthese eingesetzt werden. Die Monomere weisen ein Molekulargewicht im Bereich von 28 bis 300 g/mol, vorzugsweise 30 bis 250 g/mol und besonders bevorzugt 70 bis 200 g/mol auf. Hierunter fallen einerseits nur aus Kohlenwasserstoffen bestehende CH-Monomere, vorzugsweise Styrol, α -Methylstyrol, und andererseits neben Kohlenstoff und Wasserstoff noch Sauerstoff oder Stickstoff oder beides aufweisende CHO/N-Monomere, vorzugsweise (Meth)Acrylsäure, Butylacrylat, Acrylnitril sowie Acrylamid, wobei (Meth)Acrylsäure bevorzugt ist. (Meth)Acrylsäure wird in diesem Text für die Verbindungen mit den Nomenklaturnamen „Methacrylsäure“ und „Acrylsäure“ verwendet. Von beiden Verbindungen ist die Acrylsäure erfindungsgemäß bevorzugt.

Acrylsäure wird üblicherweise durch katalytische Dampfphasenoxidation von Propylen mit einem sauerstoffhaltigen Gas erhalten. Dabei wird in einem zweit-

stufigen Prozess das Propylen zunächst auf katalytischem Weg zu Acrolein oxidiert, welches anschließend in einer zweiten Verfahrensstufe ebenfalls unter Einsatz von Katalysatoren zur Acrylsäure umgesetzt wird (siehe z. B. DE-A-19 62 431, DE-A-29 43 707, EP-A-257 565, WO 99/14181 A1). In vergleichbarer Weise erfolgt die Synthese von Methacrylsäure durch katalytische Oxidation von Isobutylen, tert-Butanol, Methacrolein oder Isobutylaldehyd in der Gasphase.

Bei der Synthese von Monomeren wie der katalytischen Oxidation von Propylen bzw. Isobutylen in der Gasphase entstehen jedoch neben der (Meth)Acrylsäure jede Menge an Nebenprodukten, die die direkte Weiterverarbeitung nicht gestatten, da der erhaltene Kunststoff für den Einsatz in Weiterverarbeitungsprodukten eine unzureichende Reinheit aufweisen würde. Zu diesen als Verunreinigungen auftretenden Nebenprodukten gehören im Falle der Oxidation von Propylen in der Gasphase insbesondere Essigsäure, Propionsäure und Aldehyde sowie Wasser.

Erwünscht ist jedoch möglichst reine, von Nebenprodukten freie (Meth)Acrylsäure. So wird beispielsweise Acrylsäure in Form von vernetzten, wasserabsorbierenden Polyacrylaten in Artikeln eingesetzt, die zur Aufnahme von Körperflüssigkeiten bestimmt sind. Hierbei handelt es sich vor allem um Windeln, die für Säuglinge und bei Altersinkontinenz eingesetzt werden, und um Damenhygieneartikel, die im Zusammenhang mit Regelblutungen eingesetzt werden. Alle Anwendungen dieser Artikel haben gemein, dass die Artikel für eine vergleichsweise lange Zeit, in der Regel mehrere Stunden, in Hautkontakt eingesetzt werden. Da von den Artikeln Körperflüssigkeiten aufgenommen werden, stehend sie darüber hinaus über diesen langen Zeitraum in Flüssigkeitskontakt mit der Haut oder mit Schleimhäuten. Aus diesem Grunde sind die toxikologischen Anforderungen, die an die auf Polyacrylaten basierenden Polymere gestellt werden, sehr hoch. Zur Herstellung der Polyacrylate können demnach nur hochreine Ausgangssubstanzen, insbesondere nur hochreine Acrylsäure, eingesetzt werden.

Um hochreine (Meth)Acrylsäure zu erhalten, gilt es daher, die in den Verfahren zur Herstellung von (Meth)Acrylsäure erhaltenen gasförmigen Oxidationsprodukte dahingehend aufzuarbeiten, dass die (Meth)Acrylsäure unter Erhalt hochreiner (Meth)Acrylsäure möglichst selektiv abgetrennt wird.

Insbesondere hinsichtlich der Abtrennung von Acrylsäure aus den gasförmigen Oxidationsprodukten sind im Stand der Technik zahlreiche unterschiedliche Verfahren beschrieben.

10

So ist aus DE-A-21 36 396 bekannt, die Acrylsäure aus den bei der katalytischen Oxidation von Propylen bzw. Acrolein erhaltenen Reaktionsgasen durch Gegenstromabsorption mit einem Gemisch aus 75 Gew.-% Diphenylether und 25 Gew.-% Diphenyl abzutrennen. Weiterhin ist aus DE-A-24 49 780 das Abkühlen des heißen Reaktionsgases durch Teilverdampfen des Lösungsmittels in einem Direktkondensator (Quenchapparat) vor der Gegenstromabsorption bekannt.

15

Neben der Absorption des die Acrylsäure enthaltenden Reaktionsproduktes in ein hochsiedendes Lösungsmittelgemisch sehen andere bekannte Verfahren eine Totalkondensation und des ebenfalls bei der katalytischen Oxidation entstehenden Reaktionswassers vor. Dabei entsteht eine wässrige Acrylsäurelösung, die über Destillation mit einem azeotropen Mittel (JP 11 24 766, JP 71 18 766) oder über Extraktionsverfahren (DE-A-21 64 676), die ggf. von einer Kristallisation gefolgt sein kann (WO 99/14181 A1) weiter aufgearbeitet werden kann.

20

25

Unabhängig von der Art der vorstehend beschriebenen Verfahren zur Abtrennung der Acrylsäure aus den Reaktionsgasen reicht die Reinheit der so erhaltenen Acrylsäure im Allgemeinen nicht aus, um diese unmittelbar bei der Herstellung von Superabsorbent auf Basis vernetzter Polyacrylate einsetzen zu können. Bei der

Weiterverarbeitung zu Polyacrylaten stören insbesondere Maleinsäure, Oligomere, Essigsäure, Propionsäure oder Aldehyde sowie Wasser oder einzelnd oder deren Gemische.

- 5 Eine Abtrennung der (Meth)Acrylsäure aus den durch Gegenstromabsorption erhältlichen (meth)acrylsäure-haltigen Lösungsmittelgemischen oder aus den durch Totalkondensation erhaltenen wässrigen (Meth)Acrylsäure-Lösungen und die damit verbundene Abtrennung der (Meth)Acrylsäure von den Nebenprodukten ist durch Destillationsverfahren, durch Kristallisationsverfahren oder durch Kombinationen dieser Verfahren möglich (siehe hierzu z. B. auch DE-A-196 00 955).
- 10 Durch einfache Destillationsverfahren können aber ähnlich siedende Nebenprodukte, insbesondere Propionsäure (T_s Propionsäure: 140,9 °C, T_s Acrylsäure: 141,6°C) nicht abgetrennt werden. Durch Kristallisationsverfahren umfassend einen Kristallisationsschritt wiederum ist eine zufriedenstellende Reinheit der
- 15 (Meth)Acrylsäure häufig nicht zu erzielen. Außerdem kann während der Kristallisation eine eutektische Zusammensetzung erreicht werden, bei der eine Trennung der (Meth)Acrylsäure von den als Verunreinigungen auftretenden Nebenprodukten durch Kristallisation nicht oder nur schwer möglich ist.
- 20 Ferner lehrt US 4,230,888 ein Verfahren zur Aufreinigung von Acrylsäure durch Kristallisation in Gegenwart von Kochsalz, wobei durch eine Kochsalzzugabe der eutektische Punkt beeinflusst wird. Nachteilig ist die Tatsache, dass das Kochsalz als Lösung zugefügt werden muss und damit durch das Lösungsmittel eine weitere unerwünschte Komponente in das zu trennende System eingeführt wird. Außerdem kann das Kochsalz bei höheren Konzentrationen mit der kristallisierten
- 25 Acrylsäure ausfallen und somit zu einer unerwünschten mehrphasigen Feststoff-Flüssigkeits-Mischung führen. In dieser Mischung liegen neben den Acrylsäurekristallen auch Kochsalzkristalle vor, so dass eine Trennung von zwei Feststoffen

erfolgen muss. Eine Trennung ist sehr aufwendig. Zudem ist der Einsatz von Kochsalz wegen dessen stark korrodierender Wirkung nachteilhaft.

5 WO 02/074718 offenbart die Verwendung von ionischen Flüssigkeiten in einem Destillationsverfahren zur Trennung von engsiedenden Gemischen. Aufgrund der geringen thermischen Belastbarkeit von Monomeren ist allgemein eine destillative Aufarbeitung von Monomeren mit der Bildung von unerwünschten Reaktionsprodukten der Monomere begleitet oder führt aufgrund einer spontan auftretenden Polymerisation zu unerwünschten Unterbrechungen in der Aufarbeitung von Monomeren.
10

Der vorliegenden Erfindung lag deshalb die Aufgabe zugrunde, die sich aus dem Stand der Technik ergebenden Nachteile der Verfahren zur selektiven Abtrennung von Monomeren bzw. (Meth)Acrylsäure aus Monomer- bzw. (Meth)Acrylsäurehaltigen Zusammensetzungen zu überwinden.
15

Der vorliegenden Erfindung lag insbesondere die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, mit dem in möglichst wenigen Trennungsschritten mit gewünschter Reinheit ein Monomer aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzungen möglichst selektiv und schonend, ohne unnötige Betriebsunterbrechungen abgetrennt werden kann.
20

Eine weitere, der vorliegenden Erfindung zugrunde liegende Aufgabe bestand darin, eine Vorrichtung bereitzustellen, mit dem in möglichst wenigen Trennungsschritten mit gewünschter Reinheit ein Monomer aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzungen möglichst selektiv und schonend, ohne unnötige Betriebsunterbrechungen abgetrennt werden kann.
25

Auch lag der vorliegenden Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Monomer bereitzustellen, welches einen möglichst hohen Reinheitsgrad aufweist.

5 Zudem bestand eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, das bei Abtrennung eines Monomers aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzung in dem nach der Abtrennung erhaltenen Monomer die neben dem Monomer in der Monomer-haltigen Zusammensetzung enthaltenen Verunreinigungen möglichst gleichmäßig und ausnahmslos abgereichert werden.

10 Weiterhin bestand eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, wässrige Monomerphasen, insbesondere wässrige Acrylsäurelösungen bereit zu stellen, die bei steigendem Wassergehalt eine gesteigerte Reinheit des Monomers bzw. der Acrylsäure aufweisen. Derartige wässrige Acrylsäurelösungen sind für die Lösungs- Emulsi-
15 on- oder Suspensionspolymerisation zur Herstellung von wasserabsorbierenden, Hydrogel-bildenden Polymeren von besonderen Interesse. Bisher wird zur Herstellung dieser Polymere hochreine, wasserfreie durch Destillation erhaltene Acrylsäure zunächst mit Wasser versetzt, um anschließend dem Polymerisationsverfahren als wässrige Acrylsäurelösung zugeführt zu werden.

20 Diese Aufgaben werden gelöst durch ein Verfahren zur Abtrennung eines Monomers aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzung, sowie durch eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens, durch die Verwendung von Zusatzstoffen bei der Abtrennung eines Monomers aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzung, durch die durch das erfindungsgemäße Verfahren erhältlichen Monomere
25 sowie durch Fasern, Formkörper, Filme, Schäume, superabsorbierende Polymere, Spezialpolymere für die Bereiche Abwasserbehandlung, Dispersionsfarben, Kosmetika, Textilien, Lederveredelung oder Papierherstellung oder Hygieneartikel, mindestens basierend auf dem erfindungsgemäßen Monomeren, sowie die Verwendung des erfindungsgemäßen Monomeren in Fasern, Formkörpern, Filmen,

Schäumen, superabsorbierenden Polymeren, Spezialpolymeren für die Bereiche Abwasserbehandlung, Dispersionsfarben, Kosmetika, Textilien, Lederveredelung oder Papierherstellung oder Hygieneartikeln.

- 5 Das erfindungsgemäße Verfahren zur Abtrennung, vorzugsweise zur selektiven Abtrennung, von einem mindestens eine, vorzugsweise nur eine, Doppelbindung aufweisenden Monomeren aus einer dieses Monomer und mindestens eine von diesem Monomer verschiedene Verunreinigung beinhaltenden Zusammensetzung Z umfasst die Verfahrensschritte:

10

- in Kontakt bringen der Zusammensetzung Z mit einem Zusatzstoff, wobei der Zusatzstoff

15

- einen gemäß der hierin beschriebenen Testmethode bestimmten Schmelzpunkt von höchstens 150°C, bevorzugt von höchstens 125°C und besonders bevorzugt von höchstens 100°C, wobei jedoch vorzugsweise der Schmelzpunkt nicht unterhalb von -80°C, besonders bevorzugt nicht unterhalb von -60°C und darüber hinaus nicht unterhalb von -55°C liegt, und

20

- einen gemäß der hierin beschriebenen Testmethode bestimmten Dampfdruck, bei einer Temperatur von 20°C von höchstens 1 mbar, bevorzugt von höchstens 0,1 mbar, besonders bevorzugt von höchstens 0,01 mbar und darüber hinaus bevorzugt von höchstens 0,001 mbar aufweist,

25

unter Bildung einer Trennphase

- Abtrennen des Monomeren aus dieser Trennphase.

Bei dem erfindungsgemäßen Monomer handelt es sich um dem Fachmann geläufige Monomere, die in der Kunststoffsynthese eingesetzt werden. Die Monomere weisen ein Molekulargewicht im Bereich von 28 bis 300 g/mol, vorzugsweise 30 bis 250 g/mol und besonders bevorzugt 70 bis 200 g/mol auf. Hierunter fallen
5 einerseits nur aus Kohlenwasserstoffen bestehende CH-Monomere, vorzugsweise Styrol, α -Methylstyrol, und andererseits neben Kohlenstoff und Wasserstoff noch Sauerstoff oder Stickstoff oder beides aufweisende CHO/N-Monomere, vorzugsweise (Meth)Acrylsäure, Butylacrylat, Acrylnitril sowie Acrylamid, wobei (Meth)Acrylsäure bevorzugt ist. (Meth)Acrylsäure wird in diesem Text für die
10 Verbindungen mit den Nomenklaturnamen „Methacrylsäure“ und „Acrylsäure“ verwendet. Von beiden Verbindungen ist die Acrylsäure erfindungsgemäß bevorzugt. Neben den CHO/N-Monomeren sind die Monomere bevorzugt, die neben einer CC-Doppelbindung eine Säuregruppe oder ein Salz davon oder ein Derivat einer Säuregruppe wie eine Ester, vorzugsweise eine Säuregruppe oder ein Salz
15 davon aufweisen. Hierunter sind (Meth)Acrylsäure oder deren Salze, Methylmethacrylat, Methylacrylat oder Butylacrylat bevorzugt, wobei (Meth)Acrylsäure besonders bevorzugt ist.

Als Verunreinigungen kommen alle bei der Monomersynthese oder auch bei der
20 Aufarbeitung des Monomers anfallenden, von dem Monomer verschiedene Stoffe in Betracht. Bei der Aufarbeitung anfallende Verunreinigungen sind neben Wasser organische Verbindungen, insbesondere organische Verbindungen in denen das Monomer bei der Aufarbeitung, vorzugsweise bei einem Quencheschritt, gebunden, vorzugsweise gelöst, wird. Eine besonders bevorzugte Verunreinigung ist
25 Wasser.

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird ein Zusatzstoff beinhaltend, vorzugsweise im wesentlichen bestehend aus, mindestens

- i. eine ionische Flüssigkeit oder
- ii. ein hochverzweigtes, vorzugsweise ein hyperverzweigtes Polymer oder
- iii. eine Mischung aus mindestens zwei davon

5

eingesetzt.

i. Ionische Flüssigkeiten

10

Unter dem Begriff „ionische Flüssigkeit“ wird erfindungsgemäß ein Salz, vorzugsweise ein organisches Salz mit einem Schmelzpunkt von weniger als 100°C verstanden, besonders bevorzugt ein organisches Salz, welches bereits bei Umgebungsbedingungen (20°C, 1013 mbar) in flüssigem Aggregatzustand vorliegt.

15

Allgemein zeichnen sich ionische Flüssigkeiten durch günstige Eigenschaften insbesondere im Hinblick auf einen potentiellen Einsatz als Lösungsmittel aus und gelten als neue Klasse innovativer Lösungsmittel. Aufgrund der hohen Siedepunkte besitzen ionische Flüssigkeiten unter moderaten Bedingungen nahezu keinen Dampfdruck bei gleichzeitig relativ geringen Flüssigkeitsviskositäten, so dass vereinfachte Produktaufarbeitungen sowie höhere Reinheiten mittels ionischer Flüssigkeiten realisiert werden können und kaum oder garnicht Spuren von ionischen Flüssigkeiten in den aufgearbeiteten Produkten nachzuweisen sind. Zudem stellen ionische Flüssigkeiten durch ihre kombinatorische Vielfalt, die sich durch die Variation der Anionen und Kationen ergibt, ein besonders flexibles Lösungsmittelkonzept dar, das sich auf die zu lösenden technischen Aufgaben durch Wahl geeigneter Kombinationen und Konzentrationen genau anpassen lässt. Im Zusammenhang mit erfindungsgemäß geeigneten ionischen Flüssigkeiten wird auf WO 02/074718 A2, insbesondere auf Seiten 3 bis 14 bezug genommen, wobei die

25

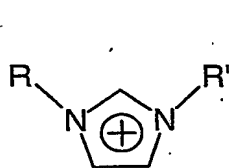
Offenbarung der WO 02/074718 A2 einen Teil dieser Offenbarung bildet. Weiterhin kommen erfindungsgemäß auch Mischungen ionischer Flüssigkeiten in betracht, wie unter anderem von Scionix Ltd. UK angeboten. Weiterhin wird in diesem Zusammenhang auch auf die Offenbarung in Aldrichimica Acta Vol. 35, No. 3, S. 75-83 2002 verwiesen, auch dieser Text bildet einen Teil der Offenbarung dieser Erfindung.

Erfindungsgemäße bevorzugte ionische Flüssigkeiten umfassen als Kationen eine ein Stickstoffatom oder ein Phosphoratom beinhaltende organische Verbindung.

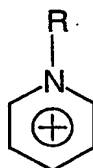
Besonders bevorzugte Kationen sind ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus

- A. Imidazolium-Ionen,
- B. Pyridinium-Ionen,
- C. Ammonium-Ionen oder
- D. Phosphonium-Ionen,

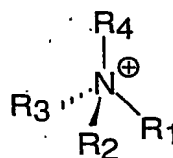
deren Strukturen nachfolgend dargestellt sind:



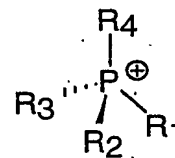
Imidazolium-Ion



Pyridinium-Ion



Ammonium-Ion



Phosphonium-Ion

Bevorzugte Imidazolium-Ionen, Pyridinium-Ionen, Ammonium-Ionen oder Phosphonium-Ionen sind diejenigen, bei denen die Reste R, R', R₁, R₂, R₃ und R₄ lineare oder verzweigte, gesättigte oder ungesättigte, vorzugsweise gesättigte Kohlenwasserstoffe oder Polyoxyalkylene, vorzugsweise Kohlenwasserstoffe, mit 1 bis 40, besonders bevorzugt mit 1 bis 30 und darüber hinaus bevorzugt 1 bis 10 Kohlenstoffatomen sind. Besonders bevorzugte Gruppen R, R', R₁, R₂, R₃ und R₄

sind unabhängig von einander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Methyl-Gruppe, Ethyl-, iso-Propylgruppe, n-Propyl-, n-Butyl-, iso-Butyl-, tert.-Butyl-, n-Hexyl-, Cyclohexyl-, Heptyl-, Oktyl-, Nonyl- und Pentyl-Gruppe, wobei Methyl-Gruppe, Ethyl-, iso-Propylgruppe, n-Propyl-, n-Butyl-, iso-Butyl-, tert.-Butyl-, n-
5 Hexyl- oder Cyclohexyl-Gruppen besonders bevorzugt sind. Diese Kohlenwasserstoffgruppen können wiederum weitere funktionelle Gruppen aufweisen, mit denen mit gewünschten Eigenschaften einer ionischen Flüssigkeit eingestellt werden können.

10 Neben diesen Kationen sind auch die Alkalimetall-Kationen Na^+ und K^+ bevorzugte Kationen, wobei von diesen Na^+ besonders bevorzugt ist.

Als Anionen umfassen die erfindungsgemäß bevorzugten ionischen Flüssigkeiten vorzugsweise Anionen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Halogenid, Sulfat, Acetat, Trifluoracetat, Halogenaluminat, Halogenborat, Halogenantimonat, Nitrat, Kupferhalogenid, Zinnhalogenid, Aluminiumalkylhalogenid, Alkylsulfid, Carboxylat oder Trialkylborat.
15

Besonders bevorzugte Anionen sind Anionen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus:
20

- a. Cl^-
- b. AlCl_4^-
- c. Al_2Cl_7^-
- 25 d. $\text{Al}_3\text{Cl}_{10}^-$
- e. BCl_4^-
- f. BF_4^-
- g. PF_6^-
- h. SbF_6^-

- i. NO_3^-
- j. HSO_4^-
- k. CH_3COO^-
- l. CF_3COO^-
- 5 m. CF_3SO_3^-
- n. $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}^-$
- o. CuCl_2^-
- p. Cu_2Cl_3^-
- q. Cu_3Cl_4^-
- 10 r. SnCl_3^-
- s. Sn_2Cl_5^-
- t. AlEtCl_3^-
- u. $\text{Al}_2\text{Et}_2\text{Cl}_5^-$
- v. $n\text{-C}_4\text{F}_9\text{SO}_3^-$
- 15 w. $\text{C}_3\text{F}_7\text{COO}^-$
- x. $\text{CH}_3\text{-C}_6\text{H}_6\text{-SO}_2^-$
- y. $\text{Et}_2(\text{C}_6\text{H}_{13})\text{B}^-$

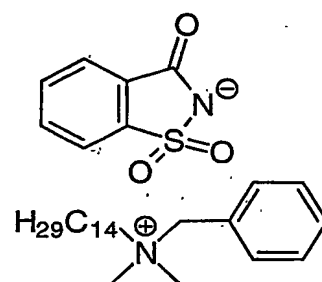
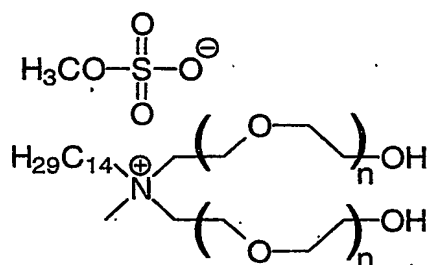
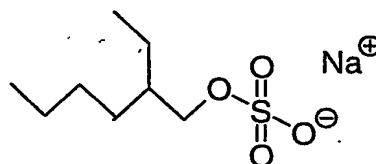
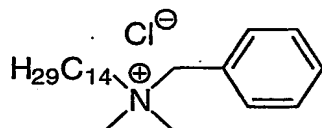
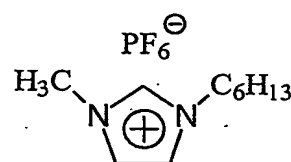
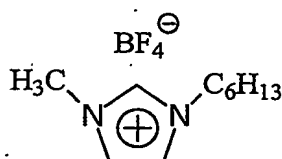
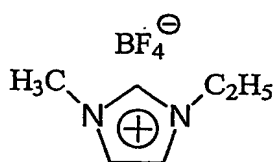
20 Sämtliche denkbaren Zweierkombinationen eines mit einem Großbuchstaben vorstehend gekennzeichneten Kations und eines mit einem Kleinbuchstaben gekennzeichneten Anions gibt eine erfindungsgemäße Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, in denen ionische Flüssigkeiten eingesetzt werden, wieder. Bevorzugte Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind diejenigen Verfahren, in denen ionische Flüssigkeiten eingesetzt werden, die folgende

25 Kombinationen von Ionen umfassen:

Aa, Ab, Ac, Ad, Ae, Af, Ag, Ah, Ai, Aj, Ak, Al, Am, An, Ao, Ap, Aq, Ar, As, At, Au, Av, Aw, Ax, Ay, Ba, Bb, Bc, Bd, Be, Bf, Bg, Bh, Bi, Bj, Bk, Bl, Bm, Bn, Bo, Bp, Bq, Br, Bs, Bt, Bu, Bv, Bw, Bx, By, Ca, Cb, Cc, Cd, Ce, Cf, Cg, Ch, Ci, Cj,

Ck, Cl, Cm, Cn, Co, Cp, Cq, Cr, Cs, Ct, Cu, Cv, Cw, Cx, Cy, Da, Db, Dc, Dd, De, Df, Dg, Dh, Di, Dj, Dk, Dl, Dm, Dn, Do, Dp, Dq, Dr, Ds, Dt, Du, Dv, Dw, Dx, Dy.

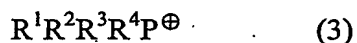
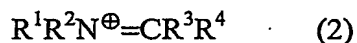
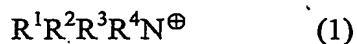
- 5 Unter diesen ionischen Flüssigkeiten sind diejenigen besonders bevorzugt, deren Strukturen nachfolgend dargestellt sind:



- 10 Die vorstehend beschriebenen ionischen Flüssigkeiten können allein oder als Mischung aus mindestens zwei verschiedenen ionischen Flüssigkeiten im erfindungsgemäßen Verfahren als Zusatzstoff eingesetzt werden. Weitere erfindungsgemäß bevorzugte ionische Flüssigkeiten sowie Verfahren zu deren Herstellung sind in *Angewandte Chemie*, 2000, 112, S. 3926-3945 beschrieben. Die Offenba-

10 rung dieses Aufsatzes wird hiermit als Referenz eingeführt und gilt als Teil der
Offenbarung der vorliegenden Erfindung.

5 Gemäß einer anderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es
bevorzugt, dass die ionischen Flüssigkeiten aus mindestens einem Kation der all-
gemeinen Formeln (1) bis (4) bestehen:



in denen

15 R^1, R^2, R^3, R^4 gleich oder unterschiedlich sind und Wasserstoff, einen linearen
oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis
20 Kohlenstoffatomen, einen cycloaliphatischen Kohlenwas-
serstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen aromati-
schen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen,
einen Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen, einen
20 durch ein oder mehrere Heteroatome (Sauerstoff, NH, NR' mit
R' C₁- bis C₅-Alkylrest,) unterbrochenen linearen oder ver-
zweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 20
Kohlenstoffatomen, einen durch ein oder mehrere Funktionali-
täten, ausgewählt aus der Gruppe -O-C(O)-, -(O)C-O-, -NH-
25 C(O)-, -(O)C-NH, -(CH₃)N-C(O)-, -(O)C-N(CH₃)-, -S(O₂)-O-,
-O-S(O₂)-, -S(O₂)-NH-, -NH-S(O₂)-, -S(O₂)-N(CH₃)-, -
N(CH₃)-S(O₂)-, unterbrochenen linearen oder verzweigten a-
liphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 20 Kohlenstoff-
atomen, einen endständig OH, NH₂, N(H)R' mit R' C₁- bis C₅-

Alkylrest, funktionalisierten linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen blockweise oder statistisch aufgebauten Polyether gemäß $-(R^5-O)_n-R^6$ bedeuten,

5

wobei

R^5 ein 2 bis 4 Kohlenstoffatome enthaltender linearer oder verzweigter Kohlenwasserstoffrest,

n 1 bis 30 ist und

10

R^6 Wasserstoff, einen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen bedeutet oder ein Rest $-C(O)-R^7$ mit

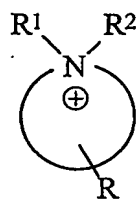
15

R^7 gleich einem linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einem cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen ist.

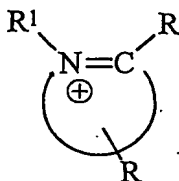
20

In dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es weiterhin bevorzugt, dass solche Kationen verwendet werden, die sich von gesättigten oder ungesättigten cyclischen Verbindungen sowie von aromatischen Verbindungen mit jeweils mindestens einem dreibindigen Stickstoffatom in einem 4- bis 10-gliedrigen heterocyclischen Ring der allgemeinen Formeln (5), (6) und (7) ableiten, wobei die heterocyclischen Ringe gegebenenfalls weitere Heteroatome enthalten können.

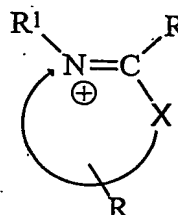
25



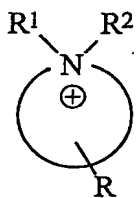
(5)



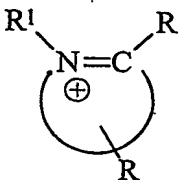
(6)



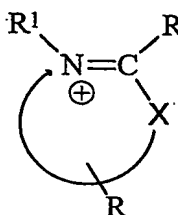
(7)



(5)



(6)



(7)

5

worin

R^1 und R^2 die vorgenannte Bedeutung haben,

R ein Wasserstoff, ein linearer oder verzweigter aliphatischer Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, ein cycloaliphatischer Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, ein aromatischer Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen oder ein Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen und

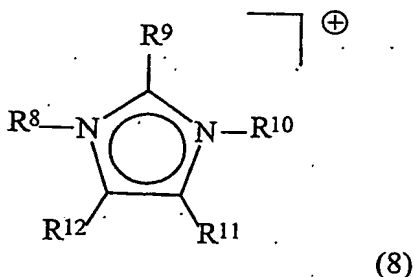
10

X ein Sauerstoffatom, ein Schwefelatom oder ein substituiertes Stickstoffatom ($X = O, S, NR$) sein kann.

15

Die cyclischen Stickstoffverbindungen der allgemeinen Formeln (5), (6) und (7) können unsubstituiert ($R = H$), einfach oder auch mehrfach durch den Rest R substituiert sein.

Ferner ist es in dem Verfahren nach dieser Ausführungsform bevorzugt, dass Kationen der allgemeinen Formel (8) mitverwendet werden



in denen

10 $R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}$ gleich oder unterschiedlich sind und Wasserstoff, einen
 linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1
 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen cycloaliphatischen Kohlenwasser-
 stoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen aromatischen Koh-
 lenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen Alkylaryl-
 rest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen, einen durch ein oder mehrere
 15 Heteroatome (Sauerstoff, NH, NR' mit R' C_1 - bis C_5 -Alkylrest,) un-
 terbrochenen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasser-
 stoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen durch ein oder mehre-
 re Funktionalitäten, ausgewählt aus der Gruppe $-O-C(O)-$, $-(O)C-O-$, $-$
 $NH-C(O)-$, $-(O)C-NH$, $-(CH_3)N-C(O)-$, $-(O)C-N(CH_3)-$, $-S(O_2)-O-$, $-$
 $O-S(O_2)-$, $-S(O_2)-NH-$, $-NH-S(O_2)-$, $-S(O_2)-N(CH_3)-$, $-N(CH_3)-S(O_2)-$,
 20 unterbrochenen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwas-
 serstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen endständig OH,
 NH_2 , $N(H)R'$ mit R' C_1 - bis C_5 -Alkylrest, funktionalisierten linearen
 oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20

Kohlenstoffatomen oder einen blockweise oder statistisch aufgebauten Polyether aufgebaut aus $-(R^5-O)_n-R^6$ bedeuten,

wobei

R^5 ein 2 bis 4 Kohlenstoffatome enthaltender Kohlenwasserstoffrest,

n 1 bis 30 ist und

R^6 Wasserstoff, einen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen bedeutet oder ein Rest $-C(O)-R^7$ mit

R^7 gleich einem linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einem cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen ist.

Zudem ist es in dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens bevorzugt, dass die in dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten ionischen Flüssigkeiten ein Anion ausgewählt aus der Gruppe der Halogenide, Bis(perfluoralkylsulfonyl)amide, Alkyl- und Aryltosylate, Perfluoralkyltosylate, Nitrate, Sulfate, Hydrogensulfate, Alkyl- und Arylsulfate, Perfluoralkylsulfate, Sulfonate, Alkyl- und Arylsulfonate, perfluorierte Alkyl- und Arylsulfonate, Alkyl- und Arylcarboxylate, Perfluoralkylcarboxylate, Perchlorate, Tetrachloroa-

luminate, Saccharinate enthalten. Weiterhin sind Dicyanamid, Tetrafluoroborat, Hexafluorophosphat und Phosphat bevorzugte Anionen.

Es ist des Weiteren bevorzugt, dass die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten ionischen Flüssigkeiten vorzugsweise eine Viskosität gemäß DIN 53 019 bei 20 °C in einem Bereich von 1 bis 10.000 mPa×sec, vorzugsweise von 2 bis 5.000 mPa×sec, besonders bevorzugt in einem Bereich von 5 bis 1.000 mPa×sec und darüber hinaus bevorzugt in einem Bereich von 10 bis 500 mPa×sec aufweisen. Darüber hinaus ist es bevorzugt, dass die ionischen Flüssigkeiten bei einer Temperatur von 20°C flüssig sind und eine Viskosität von weniger als 1.000 mPa×sec, besonders bevorzugt von weniger als 500 mPa×sec und darüber hinaus bevorzugt von weniger als 100 mPa×sec aufweisen.

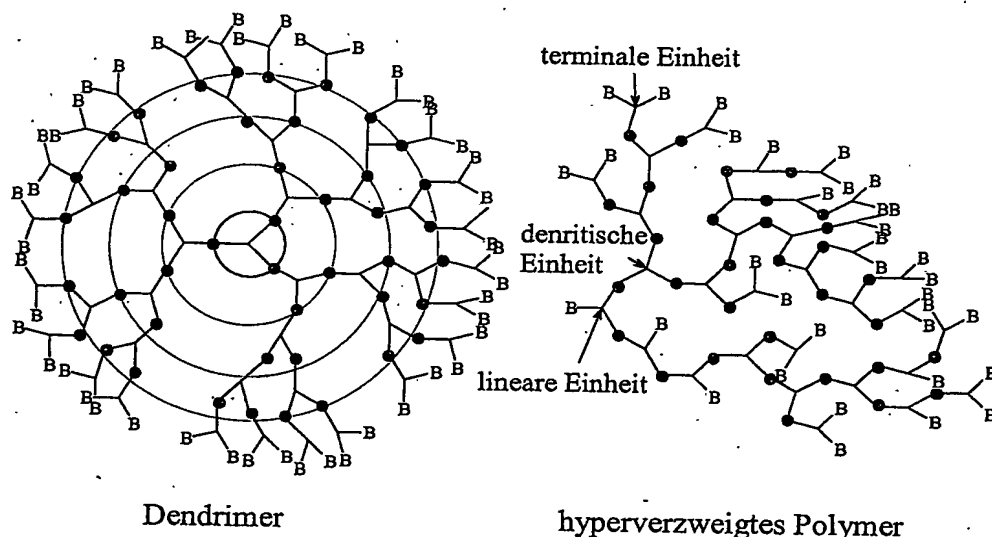
ii. Hochverzweigte Polymere

15

Unter dem Begriff „hyper- bzw. hochverzweigte Polymere“ wird eine Klasse innovativer Materialien verstanden, die durch eine ggf. unregelmäßig geformte globuläre Molekülstruktur und durch eine große Anzahl an funktionellen Gruppen im Molekül charakterisiert sind. Die hochgradig verzweigte Molekülgestalt führt zu einer besonderen Kombination von Eigenschaften, wie beispielsweise niedrige Schmelz- bzw. Lösungsviskosität sowie ein ausgezeichnetes Lösungsverhalten gegenüber zahlreichen Lösungsmitteln.

Die hochverzweigten, globulären Polymere werden in der Fachliteratur auch als „dendritische Polymere“ bezeichnet. Diese dendritischen Polymere lassen sich in zwei unterschiedliche Kategorien einteilen, die „Dendrimere“ sowie die „hyperverzweigten Polymere“. Dendrimere sind höchst regelmäßige, dreidimensionale, monodisperse Polymere mit einer baumartigen, globulären Struktur. Dabei ist die Struktur durch drei unterscheidbare Areale charakterisiert: einem polyfunktional-

len zentralen Kern, der das Symmetriezentrum darstellt, verschiedene wohldefinierte radial-symmetrische Schichten einer Wiederholungseinheit und die Endgruppen. Die hypervverzweigten Polymere sind im Gegensatz zu den Dendrimeren polydispers und hinsichtlich ihrer Verzweigung und Struktur unregelmäßig. Je-
5 weils ein Beispiel für ein Dendrimer und ein hochverzweigtes Polymer, aufgebaut aus Wiederholungseinheiten, welche jeweils drei Bindungsmöglichkeiten aufweisen, ist in den nachfolgenden Strukturen gezeigt:

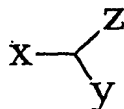


Über die unterschiedlichen Möglichkeiten zur Synthese der Dendrimere und hypervverzweigten Polymere sei auf *Chem. Eng. Technol.* 2002, 25, S. 237-253 verwiesen, die hiermit als Referenz eingeführt wird und als Teil der Offenbarung der
15 vorliegenden Erfindung gilt. Die in dieser Druckschrift beschriebenen hochverzweigten Polymere sind auch im Sinne der vorliegenden Erfindung bevorzugte hochverzweigte Polymere.

Vorzugsweise werden im erfindungsgemäßen Verfahren hypervverzweigte Polymere als hochverzweigte Polymere eingesetzt. In diesem Zusammenhang ist es
20 bevorzugt, dass die hypervverzweigten Polymere mindestens 3 Wiederholungsein-

heiten pro Molekül, vorzugsweise mindestens 10 Wiederholungseinheiten pro Molekül, ferner bevorzugt mindestens 100 Wiederholungseinheiten pro Molekül, zudem bevorzugt mindestens 200 Wiederholungseinheiten und darüber hinaus bevorzugt mindestens 400 Wiederholungseinheiten aufweist, die jeweils mindestens drei, bevorzugt mindestens vier Bindungsmöglichkeiten aufweisen, wobei
5 mindestens 3 dieser Wiederholungseinheiten, besonders bevorzugt mindestens 10 und darüber hinaus bevorzugt mindestens 20 jeweils über mindestens drei, bevorzugt über mindestens vier Bindungsmöglichkeiten mit mindestens drei, bevorzugt mindestens vier weiteren Wiederholungseinheiten verknüpft sind. Verschiedentlich weisen die hypervverzweigten Polymere maximal 10000, vorzugsweise maximal
10 5000 und besonders bevorzugt maximal 2500 Wiederholungseinheiten auf.

Dabei wird unter dem Begriff „Wiederholungseinheit“ vorzugsweise eine stets wiederkehrende Struktur innerhalb des hypervverzweigten Moleküls verstanden.
15 Unter dem Begriff „Bindungsmöglichkeit“ wird vorzugsweise diejenige funktionelle Struktur innerhalb einer Wiederholungseinheit verstanden, mit der eine Verknüpfung zu einer anderen Wiederholungseinheit möglich ist. Bezogen auf die vorstehend dargestellten Beispiele eines Dendrimers bzw. hypervverzweigten Polymers ist die Wiederholungseinheit eine Struktur mit jeweils drei Bindungsmöglichkeiten (X,Y,Z):
20



Die Verknüpfung der einzelnen Bindungseinheiten miteinander kann durch Kondensationspolymerisation, durch radikalische Polymerisation, durch anionische
25 Polymerisation, durch kationische Polymerisation, durch Gruppentransferpolymerisation, durch koordinative Polymerisation oder durch Ringöffnungspolymerisation erfolgen.

Besonders bevorzugte hypervverzweigte Polymere sind Polymere, bei denen die Bindungseinheiten zwei Bindungsmöglichkeiten aufweisen. In diesem Zusammenhang bevorzugte hypervverzweigte Polymere sind Polyglycerine, Polyester und Polyesteramide. Unter diesen Polymeren besonders bevorzugt sind die bereits kommerziell unter der Marke Boltorn[®] bei der Firma Perstorp AB erhältlichen, hypervverzweigten Polyester sowie die unter der Marke Hybrane[®] bei der Firma DSM BV, Niederlande erhältlichen, hypervverzweigten Polyesteramide. Ein anderes Beispiel für ein hypervverzweigtes Polymer ist ein Polyglycerin Polymer mit der Typenbezeichnung PG-2, PG-5 und PG-8 der Firma Hyperpolymers GmbH. Zudem sind Polyethyleineimine mit der Typenbezeichnung PEI-5 sowie PEI-25 der Firma Hyperpolymers GmbH zu nennen.

Es ist weiterhin bevorzugt, wenn die im erfindungsgemäßen Verfahren als Zusatzstoffe eingesetzten hypervverzweigten Polymere neben den eingangs genannten Schmelzpunkten und Dampfdrücken mindestens eine, vorzugsweise alle, der folgenden Eigenschaften aufweisen:

- (α1) ein Verhältnis M_w/M_n , bestimmt mittels Gelpermeationschromatographie nach MALDI-TOF (DIN 55 672), in einem Bereich von 1 bis 20, besonders bevorzugt in einem Bereich von 1,1 bis 10 und darüber hinaus bevorzugt in einem Bereich von 1,2 bis 5 aufweisen, wobei M_w das Gewichtsmittel des Molekulargewichtes und M_n das Zahlenmittel des Molekulargewichtes ist;
- (α2) ein Gewichtsmittel des Molekulargewichtes M_w , bestimmt mittels Gelpermeationschromatographie nach MALDI-TOF (DIN 55 672), in einem Bereich von 100 bis 100.000 g/mol, besonders bevorzugt in einem Bereich von 500 bis 10.000 g/mol und darüber hinaus bevorzugt in einem Bereich von 1.000 bis 5.000 g/mol;

- (α3) eine Viskosität gemäß DIN 53 019 bei 20 °C in einem Bereich von 1 bis 10.000 mPa×sec, vorzugsweise von 2 bis 5.000 mPa×sec, besonders bevorzugt in einem Bereich von 5 bis 1.000 mPa×sec und darüber hinaus bevorzugt in einem Bereich von 10 bis 500 mPa×sec;
- 5 (α4) das hyperverzweigte Polymer oder deren Mischung ist bis zu einer Temperatur von 100°C, besonders bevorzugt bis zu einer Temperatur von 150°C, darüber hinaus bevorzugt bis zu einer Temperatur von bis zu 200°C und weiterhin bevorzugt bis zu einer Temperatur von 300°C stabil, wobei unter dem Begriff stabil verstanden wird, dass bis zu der jeweiligen Temperatur
- 10 keine Zersetzung des Polymers beispielsweise durch Bildung gasförmiger Spaltprodukte, insbesondere Kohlendioxid oder Wasser, bis zu einer Grenze von unter 1 ppm, vorzugsweise von unter 0,1ppm und besonders bevorzugt 0,01ppm gaschromatographisch nachweisbar ist.
- 15 Bevorzugte Ausführungsformen der hyperverzweigten Polymer ergeben sich aus den einzelnen Eigenschaften und von Kombinationen aus mindestens zwei dieser Eigenschaften. Besonders bevorzugte hyperverzweigte Polymere sind Polymere, durch die folgenden Eigenschaften bzw. Kombinationen von Eigenschaften gekennzeichnet sind: α1, α2, α3, α4, α1α2, α1α3, α1α4, α2α3, α2α4, α3α4,
- 20 α1α2α3, α1α2α4, α1α3α4, α2α3α4, α1α2α3α4.

iii. Mischungen aus ionischer Flüssigkeit und hochverzweigten Polymeren

- In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird
- 25 als Zusatzstoff eine reine ionische Flüssigkeit oder ein reines hochverzweigtes Polymer eingesetzt. Gemäß einer anderen Ausführungsform ist es bevorzugt, eine Mischung aus mindestens zwei verschiedenen ionischen Flüssigkeiten oder aus mindestens zwei verschiedenen hochverzweigten Polymeren einzusetzen. Auch

können Mischungen aus einer ionischen Flüssigkeit und einem hochverzweigten Polymer als Zusatzstoff eingesetzt werden.

Die in dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Zusatzstoffe, insbesondere die ionischen Flüssigkeiten, sind vorzugsweise dadurch gekennzeichnet, dass sie, wenn sie mit einem zwei-Komponenten-System beinhaltend 60 Gew.-% Wasser und 40 Gew.-% Acrylsäure in Kontakt gebracht werden, den Trennfaktor bei einem Druck von 1 bar und bei einer Temperatur von 95°C gegenüber dem reinen zwei-Komponenten-System aus Wasser und Acrylsäure um einen Wert von mindestens 29%, vorzugsweise um mindestens 100% und darüber hinaus bevorzugt um mindestens 200% erhöhen, wobei die Erhöhung des Trennfaktors wie folgt definiert ist:

Erhöhung des Trennfaktors [%] = $100 \times [\text{Trennfaktor mit Zusatzstoff} - \text{Trennfaktor ohne Zusatzstoff}] / \text{Trennfaktor ohne Zusatzstoff}$

Die Bestimmung des Trennfaktors erfolgt dabei durch Kombinierte Headspace/Gaschromatographie- und WLC-Analyse gemäß den in *Verfahrenstechnik* 1974, 8, Seiten 343-347 beschriebenen Verfahren. Der Trennfaktor ist in *Distillation Design*, Henry Z. Kister, 1992, Seiten 3ff definiert.

Weiterhin sind die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Zusatzstoffe, insbesondere die ionischen Flüssigkeiten oder die hochverzweigten Polymere, vorzugsweise dadurch charakterisiert, dass diese mit mindestens einer Komponente der Zusammensetzung Z in ausreichender Weise unter Ausbildung einer Lösung mischbar sind. Dabei ist es erfindungsgemäß bevorzugt, wenn bei einer Temperatur von 20°C und einem Druck von 1013 mbar mindestens 0,2 g, besonders bevorzugt mindestens 0,4 g und darüber hinaus bevorzugt mindestens 0,6 g des Zusatzstoffes, vorzugsweise der ionischen Flüssigkeit oder des hochverzweig-

ten Polymers, mit einem Gramm der Zusammensetzung Z mischbar sind, ohne dass eine Phasentrennung zwischen des Zusatzstoffes, vorzugsweise der ionischen Flüssigkeit oder des hochverzweigten Polymers, und der (Meth)acrylsäurehaltigen Zusammensetzung erfolgt.

5

Im allgemeinen weisen die Zusammensetzungen Z neben einem Monomer mindestens eine Verunreinigung auf. In einer erfindungsgemäßen Ausführungsform ist es bevorzugt, dass der in dem erfindungsgemäßen Verfahren mit der Zusammensetzung Z in Kontakt gebrachte Zusatzstoff eine „Affinität“ zu dem Monomer zeigt, die größer als die Affinität zu mindestens einer Verunreinigung ist. Unter „Affinität“ wird eine ionische Wechselwirkung, eine Dipol-Dipol-Wechselwirkung oder eine Van der Waal-Wechselwirkung verstanden, wobei in Folge einer hohen Affinität „System“ beinhalten den Zusatzstoff und das Monomer oder die mindestens eine Verunreinigung entstehen können, die beispielsweise als Aggregate oder Komplexe aus einem Zusatzstoff und das Monomer oder die mindestens eine Verunreinigung bestehen. In dieser Ausführungsform bilden der Zusatzstoff mit dem Monomer ein System SM, dass aus der Zusammensetzung Z und damit von der mindestens einen Verunreinigung abgetrennt und ggf. anschließend in das Monomer und den Zusatzstoff getrennt werden kann, wobei es bevorzugt ist, den Zusatzstoff wieder in die Zusammensetzung Z unmittelbar oder mittelbar, beispielsweise über einen weiteren Reinigungsschritt, dem der Zusatzstoff unterzogen werden kann, zurückzuführen.

In einer anderen erfindungsgemäßen Ausführungsform ist es bevorzugt, dass der in dem erfindungsgemäßen Verfahren mit der Zusammensetzung Z in Kontakt gebrachte Zusatzstoff eine Affinität zu mindestens einer Verunreinigung zeigt, die größer als die Affinität zu dem Monomer ist. In dieser Ausführungsform bilden der Zusatzstoff mit der mindestens einen Verunreinigung oder einem Gemisch aus zwei oder mehr Verunreinigungen ein System SV, dass aus der Zusammensetzung

Z und damit von dem Monomer abgetrennt und ggf. anschließend in die der mindestens einen Verunreinigung oder einem Gemisch aus zwei oder mehr Verunreinigungen einerseits und den Zusatzstoff andererseits getrennt werden kann, wobei es bevorzugt ist, den Zusatzstoff wieder in die Zusammensetzung Z unmittelbar
5 oder mittelbar, beispielsweise über einen weiteren Reinigungsschritt, dem der Zusatzstoff unterzogen werden kann, zurückzuführen.

In einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einer Verfahrensform die Trennphase in einem Extraktionsverfahren eingesetzt.
10 Hierbei bildet sich im Zuge des Extraktionsverfahrens aus der Trennphase ein E-Mehrphasensystem. Dabei ist es bevorzugt, dass sich das Monomer in einer Phase des E-Mehrphasensystems stärker anreichert als in der oder den anderen Phasen des E-Mehrphasensystems. Unter dem Begriff „Extraktion“ wird erfindungsgemäß auch Adsorption und Absorption verstanden. In diesem Zusammenhang ist
15 die Gaswäsche, die Aufnahme von Flüssigkeiten durch Feststoffe und der gleichen zu nennen.

Gemäß einer anderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einer Verfahrensform die Trennphase in einem Destillationsverfahren eingesetzt. Hierbei bildet sich im Zuge des Destillationsverfahrens aus der Trennphase
20 ein D-Mehrphasensystem. Dabei ist es bevorzugt, dass sich das Monomer in einer Phase des D-Mehrphasensystems stärker anreichert als in der oder den anderen Phasen des D-Mehrphasensystems.

25 Nach einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einer Verfahrensform die Trennphase in einem Kristallisationsverfahren eingesetzt. Hierbei bildet sich im Zuge des Kristallisationsverfahrens aus der Trennphase ein K-Mehrphasensystem, das wenigstens eine feste Kristallphase aufweist. Dabei ist es bevorzugt, dass sich das Monomer in einer Phase des K-

Mehrphasensystems, vorzugsweise der Kristallphase, stärker anreichert als in der oder den anderen Phasen des K-Mehrphasensystems.

Gemäß einer anderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens bildet sich die Trennphase in einem mit einer Membran arbeitenden Trennverfahren.

- 5 Hierbei bildet sich im Zuge des der Membrantrennung aus der Trennphase ein M-Mehrphasensystem. Dabei ist es bevorzugt, dass sich das Monomer in einer Phase des M-Mehrphasensystems stärker anreichert als in der oder den anderen Phasen des M-Mehrphasensystems. Im Zusammenhang mit dem Einsatz einer Membran ist es bevorzugt, dass der Zusatzstoff mindestens teilweise in die Membran einge-
10 arbeitet ist. In diesem Zusammenhang wird auf den Artikel von Luis C. Branco *Angewandte Chemie* 2002, 114, Nr. 15, Seiten 2895ff verwiesen.

- Als Extraktions-, Destillations- oder Kristallisationsverfahren kommen alle dem Fachmann bekannten und geeignet erscheinenden Verfahren in Betracht. Im Zu-
15 sammenhang mit der Kristallisation sind Schicht- oder Suspensionskristallisation bevorzugt, wobei Suspensionskristallisation besonders bevorzugt ist. In diesem Zusammenhang wird auf WO 02/055469 A1 verwiesen, der Offenbarung hiermit einen Teil dieser Anmeldung bildet.

- 20 Die in den vorstehenden Ausführungsformen beschriebene Varianten und Verfahrensformen des erfindungsgemäßen Verfahrens können alleine oder in Kombination eingesetzt werden. Hierbei ist die serielle Aufeinanderfolge mindestens zwei gleiche Systeme bildender Varianten besonders bevorzugt. Weiterhin können Verfahrensformen in verschiedenen Varianten erfolgen.

- 25 Als Zusammensetzung Z wird in dem erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise eine Zusammensetzung eingesetzt, die im Verlaufe der Synthese von (Meth)Acrylsäure durch Oxidation von Propylen oder Isobutylen in der Gasphase erhalten wird. In diesem Zusammenhang sind folgende Zusammensetzungen als

(meth)acrylsäure-haltige Zusammensetzung ZA, mit welcher der eingangs beschriebene Zusatzstoff in Kontakt gebracht wird, bevorzugt:

- 5 (β1) diejenige gasförmige Zusammensetzung ZA1, die durch heterogen katalysierte Gasphasenoxidation von Propylen oder Isobutylen mit Sauerstoff an im festen Aggregatzustand befindlichen Katalysatoren bei Temperaturen vorzugsweise zwischen 40 und 400°C, im Falle der Oxidation von Propylen vorzugsweise zweistufig über Acrolein als Zwischenstufe, als Reaktionsgemisch erhalten wird;
- 10 (β2) diejenige Zusammensetzung ZA2, die als (meth)acrylsäure-haltiges, hochsiedendes Lösungsmittelgemisch erhalten wird, wenn das nach der heterogen katalysierte Gasphasenoxidation von Propylen oder Isobutylen mit Sauerstoff an im festen Aggregatzustand befindlichen Katalysatoren bei Temperaturen vorzugsweise zwischen 40 und 400°C erhaltene gasförmige Reaktionsgemisch durch Gegenstromabsorption mit einem Gemisch aus hochsiedenden Lösungsmitteln absorbiert wird.
- 15 (β3) diejenige Zusammensetzung ZA3, die als wässrige (Meth)Acrylsäure-Lösung erhalten wird, wenn das nach der heterogen katalysierte Gasphasenoxidation von Propylen oder Isobutylen mit Sauerstoff an im festen Aggregatzustand befindlichen Katalysatoren bei Temperaturen vorzugsweise zwischen 40 und 400°C erhaltene gasförmige Reaktionsgemisch vorzugsweise in einem Direktkondensator kondensiert wird;
- 20 (β4) diejenige Zusammensetzung ZA4, die als (meth)acrylsäure-haltiges Lösungsmittel bei der homogen katalysierten Flüssigphasenoxidation von Propylen oder Isobutylen mit Sauerstoff an in einem Lösungsmittel, vorzugsweise in Wasser gelösten oder dispergierten Katalysatoren bei Temperatu-
- 25

ren vorzugsweise zwischen 40 und 500°C und bei Drücken zwischen 1 und 200 bar erhalten wird;

(β5) diejenige Zusammensetzung ZA5, die als hinsichtlich der (Meth)Acrylsäure angereicherte oder abereicherte, vorzugsweise angereicherte (Meth)acrylsäure-haltige Phase erhalten wird, wenn das (Meth)acrylsäure-haltige, hochsiedende Lösungsmittelgemisch gemäß (β2), die wässrige (Meth)Acrylsäure-Lösung gemäß (β3) oder das (Meth)acrylsäure-haltige Lösungsmittel gemäß (β4) in einem weiteren Verfahrensschritt ein durch Energie-eintragendes Trennverfahren, vorzugsweise durch Destillation oder Rektifikation, aufgearbeitet wird;

(β6) diejenige Zusammensetzung ZA6, die als hinsichtlich der (Meth)Acrylsäure angereicherte oder abereicherte, vorzugsweise angereicherte (Meth)acrylsäure-haltige Phase erhalten wird, wenn das (Meth)acrylsäure-haltige, hochsiedende Lösungsmittelgemisch gemäß (β2), die wässrige (Meth)Acrylsäure-Lösung gemäß (β3) oder das (Meth)acrylsäure-haltige Lösungsmittel gemäß (β4) in einem weiteren Verfahrensschritt durch ein Energie- nichteintragendes Trennverfahren, vorzugsweise durch Extraktion oder Kristallisation, aufgearbeitet wird;

(β7) diejenige Zusammensetzung ZA7, die als hinsichtlich der (Meth)Acrylsäure aufkonzentrierte (meth)acrylsäure-haltige Zusammensetzung erhalten wird, wenn das (meth)acrylsäure-haltige, hochsiedende Lösungsmittelgemisch gemäß (β2), die wässrige (Meth)Acrylsäure-Lösung gemäß (β3) oder das (meth)acrylsäure-haltige Lösungsmittel gemäß (β4) in weiteren Verfahrensschritt durch eine Kombination von einem Energie-eintragenden und Energie- nichteintragenden Trennverfahren, vorzugsweise durch eine Kombination von Destillation und Kristallisation, aufgearbeitet wird.

Hier stehende Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens können ebenfalls bei der Aufarbeitung von in Kolonnensämpfen und anderen Sämpfen anfallenden Zusammensetzungen Z eingesetzt werden.

5

Unter „Energie-eintragend“ wird erfindungsgemäß das Eintragen von thermischer Energie nicht jedoch das Eintragen von mechanischer Energie wie Rühren verstanden.

- 10 In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Abtrennung von Acrylsäure aus Acrylsäure-haltigen Zusammensetzungen Z handelt es sich um eine acrylsäure-haltige Zusammensetzung ZAA ausgewählt aus den jeweils in Varianten ($\beta 2$), ($\beta 3$), ($\beta 4$), ($\beta 5$), ($\beta 6$) oder ($\beta 7$) definierten Zusammensetzungen ZA1 bis ZA7. In diesem Falle basiert die Acrylsäure-haltige Zusammensetzung ZAA vorzugsweise als ZAA-Komponenten auf
- 15 ($\gamma 1$) 5 bis 99,994 Gew.%, besonders bevorzugt 10 bis 99,4 Gew.% und darüber hinaus bevorzugt 50 bis 97 Gew.% monomerer Acrylsäure, und als Verunreinigung
- 20 ($\gamma 2$) mindestens 0,001 Gew.%, besonders bevorzugt mindestens 0,1 Gew.% und darüber hinaus bevorzugt mindestens 0,5 Gew.% mindestens eines Acrylsäure-Oligomeren, vorzugsweise Acrylsäure-Dimere und Acrylsäure-Trimere,
- ($\gamma 3$) mindestens 0,001 Gew.%, besonders bevorzugt mindestens 0,1 Gew.% und darüber hinaus bevorzugt mindestens 0,5 Gew.% Essigsäure,
- 25 ($\gamma 4$) mindestens 0,001 Gew.%, besonders bevorzugt mindestens 0,1 Gew.% und darüber hinaus bevorzugt mindestens 0,5 Gew.% Propionsäure,
- ($\gamma 5$) mindestens 0,001 Gew.%, besonders bevorzugt mindestens 0,1 Gew.% und darüber hinaus bevorzugt mindestens 0,5 Gew.% mindestens eines Aldehyds,

- (γ6) mindestens 0,001 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 0,1 Gew.-% und darüber hinaus bevorzugt mindestens 0,5 Gew.-% Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid,
- 5 (γ7) mindestens 0,001 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 0,1 Gew.-% und darüber hinaus bevorzugt mindestens 0,5 Gew.-% mindestens eines Nebenprodukts, das vorzugsweise von den Komponenten (γ1) bis (γ6) verschieden ist und entweder bei der Gasphasenoxidation von Propylen und/oder der anschließenden Aufarbeitung des gasförmigen Reaktionsgemisches anfällt oder aber als weitere Komponenten, beispielsweise als Katalysatoren, zugesetzt wird, sowie
- 10 (γ8) einer restliche Menge eines Fluids, vorzugsweise Wasser oder hochsiedende Lösungsmittel, insbesondere Diphenylether oder Diphenyl, oder Mischungen aus mindestens zwei davon,
- wobei die Summe der Komponenten (γ1) bis (γ8) 100 Gew.-% beträgt.

15 Weiterhin ist es in dem erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt, dass mindestens eine, bevorzugt zwei und besonders bevorzugt alle der ZAA-Komponenten außer γ1 nach dem Abtrennen der Acrylsäure in dem erfindungsgemäßen Verfahren im Vergleich zu der Zusammensetzung ZAA um mindestens 0,1 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 1 Gew.-% und besonders bevorzugt mindestens 10 Gew.-% gegenüber dem Gehalt der jeweiligen ZAA-Komponente angereichert sind.

20

Es ist erfindungsgemäß besonders bevorzugt, dass die Zusammensetzung Z Monomer in einer Menge in einem Bereich von 5 bis 99,999 Gew.-%, besonders bevorzugt in einer Menge in einem Bereich von 20 bis 99 Gew.-% und darüber hinaus bevorzugt in einer Menge in einem Bereich von 40 bis 80 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung Z, beinhaltet. Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Zusammensetzung Z mindestens 0,001 bis 90 Gew.-%

25

vorzugsweise 1 bis 80 Gew.-% und besonders bevorzugt 10 bis 70 Gew.-% Wasser, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung Z, beinhaltet.

- Das in Kontakt bringen der Zusammensetzung Z mit dem Zusatzstoff erfolgt,
- 5 wenn es sich bei der Zusammensetzung Z unter den Temperatur- und Druckbedingungen während des in Kontakt bringens um ein Fluid handelt, durch einfaches Vermischen der beiden Komponenten, vorzugsweise durch Vermischen mittels einer geeigneten Rührvorrichtung, vorzugsweise einem statischen Mischer oder im Gegenstrom oder beides. Wenn es sich bei der Zusammensetzung Z unter den
- 10 Temperatur- und Druckbedingungen während des in Kontakt bringens um einen Feststoff handelt, so wird dieser entweder durch Erhöhung der Temperatur bis zum Schmelzpunkt in eine Flüssigkeit überführt und dann mit dem Zusatzstoff vermischt oder aber der Feststoff wird in festem Zustand mit dem vorzugsweise unter den Temperatur- und Druckbedingungen während des in Kontakt bringens
- 15 flüssigen Zusatzstoff in Kontakt gebracht.

- Die Temperatur des Zusatzstoffes und der Zusammensetzung Z liegt im Fall der Extraktion während des in Kontakt bringens vorzugsweise in einem Bereich von -
- 20 20 bis 200°C, besonders bevorzugt in einem Bereich von 0 bis 150°C sowie darüber hinaus bevorzugt im Bereich von 10 bis 100°C. Der Druck liegt während des in Kontakt bringens vorzugsweise in einem Bereich von 0,001 bis 100 bar, besonders bevorzugt in einem Bereich von 0,01 bis 50 bar sowie darüber hinaus bevorzugt im Bereich von 0,1 bis 10 bar.

- 25 Die Temperatur des Zusatzstoffes und der Zusammensetzung Z liegt im Fall der Destillation während des in Kontakt bringens vorzugsweise in einem Bereich von 0 bis 300°C, besonders bevorzugt in einem Bereich von 10 bis 250°C sowie darüber hinaus bevorzugt im Bereich von 20 bis 200°C. Der Druck liegt während des in Kontakt bringens vorzugsweise in einem Bereich von 0,0001 bis 100 bar, be-

sonders bevorzugt in einem Bereich von 0,001 bis 10 bar sowie darüber hinaus bevorzugt im Bereich von 0,01 bis 2 bar.

Die Temperatur des Zusatzstoffes und der Zusammensetzung Z liegt im Fall der
5 Kristallisation während des in Kontakt bringens vorzugsweise in einem Bereich von -100 bis 200°C, besonders bevorzugt in einem Bereich von -50 bis 100°C sowie darüber hinaus bevorzugt im Bereich von -30 bis 100°C. Der Druck liegt während des in Kontakt bringens vorzugsweise in einem Bereich von 0,0001 bis 100 bar, besonders bevorzugt in einem Bereich von 0,001 bis 10 bar sowie darüber hinaus bevorzugt im Bereich von 0,01 bis 2 bar.
10

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der Zusatzstoff mit der Zusammensetzung Z vorzugsweise in einer Menge in einem Bereich von 0,01 bis 95 Gew.%, besonders bevorzugt in einer Menge in einem Bereich von 10 bis 80 Gew.-% und darüber hinaus bevorzugt in einer Menge
15 in einem Bereich von 20 bis 70 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht aus Zusatzstoff und Zusammensetzung Z, mit der Zusammensetzung Z in Kontakt gebracht wird.

20 Das Abtrennen des Monomeren aus der mit dem Zusatzstoff in Kontakt gebrachten Zusammensetzung Z erfolgt durch die dem Fachmann bekannten Trennverfahren. Dabei sind in das Monomer beispielsweise durch erhitzen Energieeintragende Trennverfahren, insbesondere die Verdampfung, die Destillation, die Rektifikation oder die Extraktivrektifikation, besonders bevorzugt. Zur Destillation kann jede dem Fachmann bekannte Destillationskolonne eingesetzt werden.
25 Vorzugsweise wird eine Kolonne mit Siebböden, zum Beispiel *Dual-Flow*-Böden oder Querstromsiebböden aus Metall verwendet. Zur Rektifikation und Extraktivrektifikation können beispielsweise Füllkörperkolonnen, Bodenkolonnen oder Packungskolonnen eingesetzt werden. Als Bodenkolonnen eignen sich solche mit

Dual-Flow-Böden, Glockenböden oder Ventilböden. Das Rücklaufverhältnis kann zum Beispiel 1 bis 10 betragen.

Bei der Anwendung Energie-eintragender Trennverfahren ist es erfindungsgemäß
5 bevorzugt, dass die Abtrennung der (Meth)Acrylsäure aus der mit dem Zusatz-
stoff in Kontakt gebrachten (Meth)acrylsäure-haltigen Zusammensetzung vor-
zugsweise bei einer Temperatur in einem Bereich von 20 bis 300°C, besonders
bevorzugt in einem Bereich von 30 bis 250°C und darüber hinaus bevorzugt in
einem Bereich von 40 bis 200°C und bei einem Druck in einem Bereich von
10 0,0001 bis 100 bar, besonders bevorzugt in einem Bereich von 0,001 bis 10 bar
und darüber hinaus bevorzugt in einem Bereich von 0,1 bis 2 bar erfolgt.

Neben diesen Energie-eintragenden Trennverfahren kann die Abtrennung des
Monomeren aus der mit dem Zusatzstoff in Kontakt gebrachten Monomer-
15 haltigen Zusammensetzung auch durch Extraktion oder durch statische oder dy-
namische Kristallisationsverfahren erfolgen. Als Kristallerzeuger können hierzu
alle dem Fachmann bekannten und erfindungsgemäß geeigneten eingesetzt wer-
den. Darunter fallen Schicht- und Suspensionskristallerzeuger. Bei den Suspensi-
onskristallerzeugern können vorteilhafterweise Kesselkristallisatoren,
20 Kratzkristallisatoren, Kühlscheibenkristallisatoren, Kristallisierschnecken, Trom-
melkristallisatoren, und dergleichen eingesetzt werden, wobei die Suspensions-
kristallerzeuger bevorzugt mit einer nachgeschalteten Waschkolonne betrieben
werden. In diesem Zusammenhang wird auf die Offenbarung der WO 99/14181
verwiesen, die hiermit als Teil dieser Offenbarung gilt.

25

Für die Extraktion eignen sich besonders Kolonnen ohne Energiezufuhr, wobei
Sprüh-, Füllkörper- oder Siebbodenkolonnen bevorzugt sind. Eine andere, erfin-
dungsgemäß geeignete Gruppe stellen gepulste Kolonnen dar, wobei Sprüh-,
Füllkörper-, Prochazaka-, Karr- oder Siebbodenkolonnen bevorzugt sind. Weiter-

hin können Kolonnen mit rotierenden Einbauten eingesetzt werden. In diesem Zusammenhang sind Scheibel-, Kühni-, RDC-, ARD-Kolonnen, RZ- oder SHE-Extraktoren zu nennen.

- 5 In einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens können auch Energie-eintragende und -nichteintragende Trennverfahren miteinander kombiniert werden. So ist denkbar, dass eine Zusammensetzung Z zunächst mit dem Zusatzstoff in Kontakt gebracht und anschließend durch Destillation das Monomer abgetrennt wird. Das so abgetrennte Monomer kann dann in einem weiteren Verfahrensschritt erneut mit dem Zusatzstoff in Kontakt gebracht werden. Aus
10 der so erhaltenen Zusammensetzung wird schließlich beispielsweise durch Kristallisation in Gegenwart des Zusatzstoffes das Monomer abgetrennt. Die einzelnen Energie-eintragende und -nichteintragende Trennverfahren können nach Zugabe des Zusatzstoffes zu dem aufkonzentrierten Monomeren einzeln oder in
15 Kombination beliebig oft wiederholt werden. Hierfür können beispielsweise Molfilter eingesetzt werden.

- In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der Zusatzstoff rezykliert. Dadurch ist eine äußerst wirtschaftliche Durchführung
20 des erfindungsgemäßen Verfahrens möglich.

- Nach der Abtrennung des Monomeren aus der mit dem Zusatzstoff in Kontakt gebrachten Zusammensetzung Z bleibt der Zusatzstoff vorzugsweise zusammen mit weiteren Nebenprodukten und gegebenenfalls noch nicht abgetrennten Monomeren in der hinsichtlich des Monomeren abgereicherten Phase zurück. Wenn
25 die Abtrennung des Monomeren durch Energie-eintragende Trennverfahren, beispielsweise durch Destillation erfolgt, so bleibt der Zusatzstoff vorzugsweise zusammen mit weiteren Nebenprodukten und gegebenenfalls noch nicht abgetrenntem Monomeren als Sumpfprodukt zurück. Erfolgt die Abtrennung der

(Meth)Acrylsäure durch Energie-nichteintragenden Trennverfahren wie beispielsweise durch Kristallisation, so verbleibt bevorzugt der Zusatzstoff in der Mutterlauge.

- 5 Um den Zusatzstoff im erfindungsgemäßen Verfahren rezyklieren zu können, ist daher eine Aufreinigung des Zusatzstoffes durch Abtrennung der Nebenprodukte und gegebenenfalls noch nicht abgetrennten Monomeren vorteilhaft. Diese Abtrennung kann ebenso wie die vorstehend beschriebene Abtrennung des Monomeren aus der mit dem Zusatzstoff in Kontakt gebrachten Zusammensetzung Z durch
- 10 Energie-eintragende und -nichteintragende Trennverfahren erfolgen, wobei die Energie-eintragende und -nichteintragende Trennverfahren bevorzugt sind, die bereits vorstehend aufgeführt wurden. Auch eine Kombination von Energie-eintragende und -nichteintragende Trennverfahren, beispielsweise eine zunächst durchgeführte Destillation und ein anschließend erfolgende Kristallisation des
- 15 Rückstandes der Destillation können zur Aufreinigung des Zusatzstoffes erfolgen. Besonders bevorzugt ist eine Aufreinigung des Zusatzstoffes durch Verdampfen, durch Desorption mit Inertgas, durch Kristallisation, z B. Schmelzkristallisation, sowie durch Extraktion, z. B. mit überkritischen Medien wie etwa überkritischem Kohlendioxid.
- 20 Besonders bevorzugt erfolgt die Abtrennung von Nebenprodukten und noch nicht abgetrennter (Meth)Acrylsäure vom Zusatzstoff durch einfache Verdampfung bei einer Temperatur in einem Bereich von 10 bis 300 °C, besonders bevorzugt bei einer Temperatur in einem Bereich von 20 bis 250 °C und darüber hinaus bevorzugt bei einer Temperatur in einem Bereich von 30 bis 200 °C und bei einem
- 25 Druck in einem Bereich von 0,0001 bis 100 bar, besonders bevorzugt in einem Bereich von 0,001 bis 10 bar und darüber hinaus bevorzugt in einem Bereich von 0,1 bis 2 bar.

Die Rezyklierung des Zusatzstoffes nach Abtrennung des Monomeren aus der Zusammensetzung Z erfordert eine Aufkonzentrierung des Zusatzstoffes, da andernfalls eine stetige Anreicherung von Nebenprodukten durch die Zugabe des mit diesen Nebenprodukten verunreinigten Zusatzstoffes resultiert.

5

Der rezyklierte Zusatzstoff wird vorzugsweise in einer solchen Menge in das erfindungsgemäße Verfahren zurückgeführt, dass der Anteil an rezykliertem Zusatzstoff in einem Bereich von 10 bis 100 Gew.-%, besonders bevorzugt in einem Bereich von 30 bis 99,5 Gew.-% und darüber hinaus bevorzugt in einer Menge in
10 einem Bereich von 60 bis 98 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Zusatzstoffes, liegt.

Weiterhin entspricht es einer Ausführungsform, dass in dem erfindungsgemäßen Verfahren mindestens eine, vorzugsweise mindestens 2 und besonders bevorzugt
15 mindestens 3 sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 5 Verunreinigungen abgereichert werden. Zudem ist es bevorzugt, dass die Abreicherung um mindestens 10 %, vorzugsweise mindestens 50 % und besonders bevorzugt mindestens einen Faktor von 10, jeweils bezogen auf die Konzentration der Verunreinigung im Vergleich zum Monomer, erfolgt.

20

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Synthese eines erfindungsgemäß definierten Monomers weist in fluidleitender Verbindung folgende Komponenten auf:

- (δ1) eine Monomersyntheseeinheit (1) aufweisend eine Gasphasenmonomersyntheseeinheit (1a) mit einer auf die Gasphasenmonomersyntheseeinheit (1a)
25 folgende Queneinheit (2), oder
- (δ2) eine Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit (1b),
- (δ3) gegebenenfalls eine auf die Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit (1b) oder auf die Queneinheit (2) folgende erste Reinigungseinheit (3),
- (δ4) eine erste Monomer-Abtrennungseinheit (4), aufweisend als Bestandteile:

(84_1) eine mit der Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit (1b) oder der Quencheinheit (2) oder mit der gegebenenfalls vorliegenden ersten Reinigungseinheit (3) verbundene Führung für eine Monomer-haltige Zusammensetzung Z (5),

5 (84_2) eine Zusatzstoffführung (6),

(84_3) einen die Monomer-haltige Zusammensetzung (5) und die Zusatzstoffführung (6) aufnehmenden Kontaktbereich (7),

(84_4) eine von dem Kontaktbereich (7) ausgehende Führung (8) für abgetrenntes Monomer.

10

In einer weiteren Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung weist diese in der Monomer-Abtrenneinrichtung (4) zusätzlich

(84_5) ein mit dem Kontaktbereich (7) fluidleitend verbundenes Trennelement (11) auf.

15

In einer anderen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung weist diese in der Monomer-Abtrenneinrichtung (4) zusätzlich (84_5)

(84_6) eine weitere mit der ersten Monomer-Abtrennungseinheit (4) verbundene weitere Monomer-Abtrennungseinheit (10) oder weitere Reinigungseinheit (11) oder beides.

20

Nach einer weiteren Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung umfasst diese als weitere Komponente (85) eine Rezyklierungseinheit (12) für den Zusatzstoff, welche ihrerseits folgende Komponenten umfasst:

25

(85_1) eine Zuführung (13) für eine den Zusatzstoff beinhaltende Zusammensetzung, die fluidleitend mit einem Trennelement (14) verbunden ist,

(85_2) eine von dem Trennelement (14) ausgehende Ableitung (15) für den Zusatzstoff, die fluidleitend mit der Zusatzstoffführung (6) oder dem Kontaktbereich (7) verbunden ist,

5 (85_3) eine von dem Trennelement (14) ausgehende Ableitung (16) für das Monomer, die fluidleitend mit der Führung (8) verbunden ist.

Als Kontaktbereich können in der erfindungsgemäßen Vorrichtung Destillationskolonnen, Extraktionsmischer oder Kristallisationseinrichtungen verwandt werden. In dem Kontaktbereich kommt es vorzugsweise zur Bildung der Trennphase, die
10 in diesem oder anschließend in mindestens zwei Trennkomponenten - beispielsweise Kristalle einerseits und Zusatzstoff und ggf. Verunreinigungen beinhaltende Mutterlauge anderseits - zerfällt.

Als Destillationskolonnen kommen alle dem Fachmann für das erfindungsgemäße
15 Verfahren und auf das aufzureinigende Monomer abgestimmten und geeigneten Kolonnen in betracht. Bevorzugt sind die vorstehend genannten Typen

Als Extraktionsmischer kommen alle dem Fachmann für das erfindungsgemäße Verfahren und auf das aufzureinigende Monomer abgestimmten und geeigneten
20 Mischer in betracht. Hierunter fallen statische und dynamische Mischer. In diesem Zusammenhang wird auf die Offenbarung der WO 99/14181 und WO 02/055469 verwiesen, die hiermit als Teil dieser Offenbarung gilt.

Als Kristallisationsvorrichtungen kommen alle dem Fachmann für das erfindungsgemäße Verfahren und auf das aufzureinigende Monomer abgestimmten und geeigneten Kristaller in betracht. In diesem Zusammenhang sind Schichtkristaller, und mit einer Waschkolonne kombinierte Suspensionskristaller neben den vorstehend beschriebenen bevorzugt.

Die erfindungsgemäßen chemischen Produkte basieren mindestens auf oder beinhalten die durch das erfindungsgemäße Verfahren erhältliche (Meth)Acrylsäure. Die chemischen Produkte umfassen Fasern, Formkörper, Filme, Schäume, superabsorbierende Polymere, Spezialpolymere für die Bereiche Abwasserbehandlung, Dispersionsfarben, Kosmetika, Textilien, Lederveredelung oder Papierherstellung oder Hygieneartikel.

Die Erfindung wird nun an Hand einer Figur und an Hand von Beispielen in nicht limitierender Weise näher erläutert.

10

Fig.1 zeigt eine Vorrichtung zur Synthese von (Meth)Acrylsäure, die eine Rezyklierungseinheit für den Zusatzstoff umfasst.

15

Fig. 2 zeigt ein Schema einer Schaltungsvariante der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Fig. 3 ist eine graphische Darstellung der Werte aus Tabelle 3.

20

Gemäß der Figur 1 wird (Meth)Acrylsäure als ein erfindungsgemäßes Monomer in der Monomersyntheseeinheit 1 synthetisiert. Dabei kann die Monomersyntheseeinheit 1 eine Gasphasenmonomersyntheseeinheit 1a oder eine Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit 1b umfassen. Auf die Monomersyntheseeinheit 1 folgt eine Quencheinheit 2, die mit der Gasphasenmonomersyntheseeinheit 1a verbunden ist. Die in der Quencheinheit 2 oder der Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit 1b erhaltene wässrige (Meth)Acrylsäure-Lösung wird in einer ersten Reinigungseinheit 3 – beispielsweise eine Destillationskolonne - aufgereinigt. Die so aufgereinigte (Meth)Acrylsäure-Lösung gelangt danach über die Führung 5 in die (Meth)Acrylsäure-Abtrennungseinheit 4. Es ist jedoch ebenso möglich, die Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit 1 oder die Quencheinheit 2 direkt über die

30

Führung 5 mit der (Meth)Acrylsäure-Abtrennungseinheit 4 zu verbinden. Diese umfasst die mit den entsprechenden vorhergehenden Teilen verbunden Zuführung 5 für die wässrige (Meth)Acrylsäure-Lösung. Über diese Zuführung 5 gelangt die wässrige (Meth)Acrylsäure-Lösung in den Kontaktbereich 7. Über die Zusatzstoffzuführung 6 gelangt der Zusatzstoff in den Kontaktbereich 7. Der Zusatzstoff kann aus einem nicht gezeigten Vorratsbehälter bzw. aus einer Rezyklierungseinheit 14 stammen. In dieser Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung erfolgt nach dem Kontakt von Zusatzstoff und wässriger (Meth)Acrylsäure-Lösung die Abtrennung der (Meth)Acrylsäure über die Führung 8. Die abgetrennte, meist von etwas Wasser begleitete (Meth)Acrylsäure wird in einer weiteren Reinigungseinheit 11 aufkonzentriert. Die im Mischbehälter zurückbleibende Zusammensetzung beinhaltend den Zusatzstoff ggf. weitere Verunreinigungen und noch nicht abgetrennte (Meth)Acrylsäure wird über die Zuführung 13 der Rezyklierungseinheit 12 zugeführt. Dort gelangt sie in ein Trennelement 14, in dem eine Aufkonzentrierung des Zusatzstoffes erfolgt und ggf. vorhandene weitere Verunreinigungen von dem Zusatzstoff meist durch geeignete Reinigungsmethoden abgetrennt werden. Der aufkonzentrierte Zusatzstoff gelangt über die Ableitung 15 in den Mischbehälter 7, die bei der Aufkonzentrierung des Zusatzstoffes abgetrennte (Meth)Acrylsäure gelangt über eine Ableitung 16 in die Führung 8 und über diese in das Trennelement 11. Die im Trennelement 11 erhaltene, hinsichtlich der (Meth)Acrylsäure abgereicherte Phase kann über die Zuleitung 17 der Zuleitung 5 zugeführt werden.

In Fig. 2 folgt auf die Monomersyntheseeinheit 1 eine erste erfindungsgemäße Monomerabtrenneinheit 4, auf die wiederum eine weitere erfindungsgemäße Monomerabtrenneinheit 10 folgt. Hieran können sich weitere Reinigungseinheiten oder auch Weiterverarbeitungseinheiten wie eine Syntheseeinheit für wasserabsorbierende Polymere anschließen.

TESTMETHODEN

1. Schmelzpunkt

- 5 Die Schmelzpunktbestimmung erfolgt in einem sogenannten Schmelzpunktröhr-
chen: Die Substanzprobe wird in ein an einer Seite abgeschmolzenes Glasröhr-
chen mit einem Innendurchmesser ca. 1.0 - 1.5 mm, Länge ca. 7 - 8 cm (Schmelz-
punktröhrchen, Schmelzpunktkapillare) etwa 3 - 5 mm hoch eingefüllt nach Thiele
(*Organikum Organisch Chemisches Grundpraktikum*, 16. Auflage, 1986, VEB
10 Verlag der Wissenschaften, Seiten 73, 74).

- Nach dem Einbringen der Substanz am oberen Ende des Röhrchens stößt man
die Probe vorsichtig nach unten. Anschließend wird das gefüllte Schmelz-
punktröhrchen langsam erhitzt, und die Temperatur bestimmt, bei der die Sub-
15 stanzprobe schmilzt.

2. Dampfdruck

- Mittels Effusionsmethode mit Dampfdruckwaage nach Richtlinie 92/69/EWG.
20 vom 31.07.1992 (Amtsblatt A.04. der Europäischen Gemeinschaft).

BEISPIELE

25 Beispiel 1 (Extraktion)

In einem 350 ml doppelwandigen Rührgefäß, das auf 50°C mit Wasser temperiert
wurde, wurde ein in Tabelle 1 angegebener „Feed“ in einer Menge von 250 ml
vorgelegt und über 1 Minute kräftig gerührt. Nach Beendigung des Rührens bilde-

ten sich die in ihrer Zusammensetzung ebenfalls in Tabelle 1 angegebenen Phasen. Nach einer Absetzzeit von 1 Minute wurden die Zusammensetzung der Phasen durch Titration der Acrylsäure mit NaOH-Lösung und die Wassermenge nach Karl Fischer und die Boltorn®-Menge rechnerisch bestimmt.

5

Tabelle 1

	Wasser [Gew.-%]	Acrylsäure [Gew.-%]	Boltorn® H 3200 [Gew.-%]
Feed 1	40	20	40
Untere Phase 1	69	30	1
Obere Phase 1	9	14	83
Feed 2	40	40	20
Untere Phase 2	51	48	1
Obere Phase 2	6	11	83
Feed 3	20	60	20
Untere Phase 3	25	74	1
Obere Phase 3	4	13	83

Boltorn® H 3200 ist ein hypervernetztes Polymer, das von der Firma Perstorp GmbH hergestellt und bezogen werden kann.

10

Beispiel 2 (Kristallisation)

In einem 350 ml doppelwandigen Rührgefäß, das auf -15°C mit einer Mischung aus Ethylenglykol und Wasser temperiert wurde, wurden 250g des in Tabelle 2 aufgeführten „Feeds“ mit einer Temperatur von 20°C eingewogen und mit einer Temperaturrampe von 0,5 K/Minute auf -15°C abgekühlt. Bei -10°C wurde eine Kristallbildung beobachtet. Die Mutterlauge mit der in Tabelle 2 angegebenen Zusammensetzung wurde mittels eines Vakuumnutschfilters von den Kristallen

15

getrennt. Es wurden 142g Kristalle der in Tabelle 2 angegebenen Zusammensetzung erhalten. Die Zusammensetzungen wurden wie in Beispiel 1 bestimmt.

Tabelle 2

5

	Wasser [Gew.-%]	Acrylsäure [Gew.-%]	ECOENG [®] 500 [Gew.-%]
Feed	70	10	20
Kristalle	87	4	9
Mutterlauge	49	13	18

ECOENG[®] 500 ist eine ionische Flüssigkeit, die von der Firma Solvent Innovation GmbH hergestellt wird und bezogen werden kann.

10 Beispiel 3 (Destillation)

In einem beheizbaren Probenhalter wurde eine 20ml Septumverschluss-GC-Flasche mit 5ml einer in Tabelle 3 angegebenen Mischung aus Zusammensetzung Z und Zusatzstoff auf 95°C erhitzt und eine Nadel eines Headspace-
15 Gaschromatograph (*Verfahrenstechnik* 8, Nr. 12, Seiten 334-347, 1974) in den sich in der GC-Flasche bildenden Gasraum eingeführt. Die Zusammensetzung des in dem Gasraum entstandenen Gas wurde gaschromatographisch getrennt und über eine Wärmeleitfähigkeitsmessung in seiner Zusammensetzung bestimmt, die in Tabelle 3 angegeben und in Fig. 3 nochmals graphisch dargestellt ist.

20

Tabelle 3

Zusammensetzung Z		A	B	C	D	E	F	G
Wasser-Konz. [Gew.-%]	Acrylsäure Konz. [Gew.-%]	ohne Zusatzstoff (Headspace GC)	EMIM-BF ₄ (25 Gew.-%)	HMIM-PF ₆ (50 Gew.-%)	HMIM-BF ₄ (50 Gew.-%)	Hybrane® S 1200 (25 Gew.-%)	Polyglycerin PG-5 (50 Gew.-%)	Boltorn® H 40 (25 Gew.-%)
		Trennfaktor						
40	60	2,82	3,00	4,34	5,38	3,80	3,29	3,31
60	40	2,16	2,52	-	5,34	3,12	2,77	2,49
80	20	1,21	1,96	-	4,96	2,25	2,38	1,87
95	5	1,00	1,76	-	5,21	2,14	2,34	-

In den Beispielen der Tabelle 3 wurden folgende Zusatzstoffe eingesetzt:

- HMIM-BF₄ (1-Hexyl-3-methyl-imidazolium-tertrafluoroborat), ionische Flüssigkeit, Solvent Innovation GmbH;
- EMIM-BF₄ (1-Ethyl-3-methylimidazolium-tetrafluoroborat), ionische Flüssigkeit, Sovent Innovation GmbH;
- HMIMPF₆ (1-Hexyl-3-methyl-imidazolium-hexafluorophosphat) ionische Flüssigkeit, Sovent Innovation GmbH;
- Hybrane® S1200. (2,5-Furandion, diehydro-, polymer mit 1,1'-iminobis[2-propanol], CAS-Nr. 362603-93-8, DSM B.V., hypervverzweigtes Polymer;
- Polyglycerin PG-5, CAS-Nr. 25722-70-7P, Hersteller Hyperpolymers GmbH, hypervverzweigtes Polymer;
- Boltorn® H40, Perstorp GmbH, hypervverzweigtes Polymer.

BEZUGSZEICHENLISTE

- | | | |
|----|----|--|
| | 1 | Monomersyntheseeinheit |
| | 1a | Gasphasenmonomersyntheseeinheit |
| 5 | 1b | Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit |
| | 2 | Quencheinheit |
| | 3 | Reinigungseinheit |
| | 4 | Monomer/(Meth)Acrylsäure-Abtrennungseinheit |
| | 5 | Führung für Monomer/(Meth)Acrylsäure-haltige Zusammensetzung |
| 10 | 6 | Führung für Zusatzstoff |
| | 7 | Kontaktbereich |
| | 8 | Führung für abgetrennte Monomer/(Meth)Acrylsäure |
| | 10 | weitere Monomer/(Meth)Acrylsäure-Abtrennungseinheit |
| | 11 | weitere Reinigungseinheit |
| 15 | 12 | Rezyklierungseinheit |
| | 13 | Zuführung für Zusatzstoff beinhaltende Zusammensetzung |
| | 14 | Trennelement |
| | 15 | Ableitung für Zusatzstoff |
| | 16 | Ableitung für Monomer/(Meth)Acrylsäure |
| 20 | 17 | Führung für hinsichtlich Monomer/(Meth)Acrylsäure abereicherte Phase
aus der Reinigungseinheit 11 |
| | AA | Acrylsäure |
| | IL | Zusatzstoff (ionische Flüssigkeit oder hyperverzweigtes Polymer) |

PATENTANSPRÜCHE

1. Ein Verfahren zur Abtrennung von einem mindestens eine Doppelbindung aufweisenden Monomeren aus einer dieses Monomer und mindestens eine
5 von diesem Monomer verschiedene Verunreinigung beinhaltenden Zusammensetzung Z, umfassend die Verfahrensschritte:
- in Kontakt bringen der Zusammensetzung Z mit einem Zusatzstoff, wobei der Zusatzstoff
 - 10 -- einen Schmelzpunkt von höchstens 150°C und
 - einen Dampfdruck bei einer Temperatur von 20°C von höchstens 1 mbar aufweist,
 - 15 unter Bildung einer Trennphase sowie
 - Abtrennen des Monomers aus dieser Trennphase.
2. Verfahren nach Anspruch 1, ein Zusatzstoff beinhaltend mindestens
- 20 i. eine ionische Flüssigkeit oder
 - ii. ein hochverzweigtes Polymer oder
 - iii. eine Mischung aus mindestens zwei davon.
3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei das hochverzweigte Polymer mindestens
- 25 3 Wiederholungseinheiten pro Molekül aufweist, die jeweils mindestens drei Bindungsmöglichkeiten aufweisen, wobei mindestens drei dieser Wiederholungseinheiten jeweils über mindestens drei Bindungsmöglichkeiten mit mindestens drei weiteren Wiederholungseinheit verknüpft sind.

4. Verfahren nach Anspruch 2, wobei die ionische Flüssigkeit bei einer Temperatur von 20°C Flüssigkeit ist und eine Viskosität in einem Bereich von 1 bis 10.000 mPa×sec zeigt.
- 5 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die selektive Abtrennung des Monomeren aus dem mit dem Zusatzstoff in Kontakt gebrachten Zusammensetzung Z durch Destillation oder durch Extraktion oder Kristallisation oder einer Kombination aus mindestens zwei davon erfolgt.
- 10 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Zusatzstoff in einer Menge in einem Bereich von 0,01 bis 95 Gew.%, bezogen auf das Gesamtgewicht aus Zusatzstoff und Zusammensetzung Z, mit der Zusammensetzung Z in Kontakt gebracht wird.
- 15 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Zusatzstoff rezykliert wird.
8. Verfahren nach Anspruch 6, wobei das Rezyklieren des Zusatzstoffes durch ein Energie-eintragendes Trennverfahren erfolgt.
- 20 9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Monomer (Meth)Acrylsäure ist.
10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Zusammensetzung Z als eine acrylsäure-haltige Zusammensetzung ZAA auf
25 (γ1) 5 bis 99,994 Gew.% monomerer Acrylsäure, und als Verunreinigung
(γ2) mindestens 0,001 Gew.% mindestens eines Acrylsäure-Oligomeren,
(γ3) mindestens 0,001 Gew.% Essigsäure,
(γ4) mindestens 0,001 Gew.% Propionsäure,

- (γ5) mindestens 0,001 Gew.-% mindestens eines Aldehyds,
(γ6) mindestens 0,001 Gew.-% Maleinsäure oder Maleinsäureanhydrid,
(γ7) mindestens 0,001 Gew.-% mindestens eines Nebenprodukts, das von
den Komponenten (γ1) bis (γ6) verschieden ist sowie
5 (γ8) einer restlichen Menge eines Fluids basieren und
wobei die Summe der Komponenten (γ1) bis (γ8) 100 Gew.-% beträgt.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei mindestens
eine Verunreinigung abgereichert wird.
- 10 12. Eine Vorrichtung zur Synthese Monomers aufweisend in fluidleitender Ver-
bindung folgende Komponenten:
- (δ1) eine Monomersyntheseeinheit (1) aufweisend eine Gasphasenmono-
mersyntheseeinheit (1a) mit einer auf die Gasphasenmonomersynthe-
seeinheit (1a) folgende Queneinheit (2), oder
15 (δ2) eine Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit (1b),
(δ3) gegebenenfalls eine auf die Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit
(1b) oder auf die Queneinheit (2) folgende erste Reinigungseinheit
(3),
20 (δ4) eine erste Monomer-Abtrennungseinheit (4), aufweisend als
Bestandteile:
- (δ4_1) eine mit der Flüssigphasenmonomersyntheseeinheit (1b) oder
der Queneinheit (2) oder mit der gegebenenfalls vorliegen-
den ersten Reinigungseinheit (3) verbundene Führung für ei-
ne Monomer-haltige Zusammensetzung Z (5),
25 (δ4_2) eine Zusatzstoffführung (6),
(δ4_3) einen die Monomer-haltige Zusammensetzung (5) und die
Zusatzstoffführung (6) aufnehmenden Kontaktbereich (7),

(84_4) eine von dem Kontaktbereich (7) ausgehende Führung (8) für abgetrenntes Monomer.

- 5 13. Vorrichtung nach Anspruch 12, wobei die Vorrichtung als weitere Komponente (85) eine Rezyklierungseinheit (12) für den Zusatzstoff umfasst, welche ihrerseits folgende Komponenten umfasst:
- (85_1) eine Zuführung (13) für eine den Zusatzstoff beinhaltende Zusammensetzung, die fluidleitend mit einem Trennelement (14) verbunden ist,
- 10 (85_2) eine von dem Trennelement (14) ausgehende Ableitung (15) für den Zusatzstoff, die fluidleitend mit der Zusatzstoffführung (6) oder dem Kontaktbereich (7) verbunden ist,
- (85_3) eine von dem Trennelement (14) ausgehende Ableitung (16) für das Monomer, die fluidleitend mit der Führung (8) verbunden ist.
- 15 14. Verwendung eines Zusatzstoffes, der
- einen Schmelzpunkt bei einem Druck von 1 bar von höchstens 100°C und
 - einen Dampfdruck bei 20°C von höchstens 1 mbar aufweist,
- 20 als Abtrennhilfe bei der Abtrennung von einem mindestens eine Doppelbindung aufweisenden Monomeren aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzungen.
- 15 15. Monomer erhältlich nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11.
- 25 16. Fasern, Formkörper, Filme, Schäume, wasserabsorbierende Polymere, Spezialpolymere für die Bereiche Abwasserbehandlung, Dispersionsfarben, Kosmetika, Textilien, Lederveredelung oder Papierherstellung oder Hygie-

neartikel, mindestens basierend auf oder beinhaltend (Meth)Acrylsäure nach Anspruch 15.

- 5 17. Verwendung von (Meth)Acrylsäure nach Anspruch 15 in oder zur Herstellung von Fasern, Formkörpern, Filmen, Schäumen, wasserabsorbierenden Polymeren oder Hygieneartikeln, Detergentien oder Spezialpolymere für die Bereiche Abwasserbehandlung, Dispersionsfarben, Kosmetika, Textilien, Lederveredelung oder Papierherstellung.

ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von einem mindestens eine Doppelbindung aufweisenden Monomeren, nachfolgend „Monomer“
5 genannt, insbesondere (Meth)Acrylsäure, aus einer dieses Monomer und mindestens eine von diesem Monomer verschiedene Verunreinigung beinhaltenden Zusammensetzung Z, umfassend die Verfahrensschritte:

10 - in Kontakt bringen der Zusammensetzung Z mit einem Zusatzstoff, wobei der Zusatzstoff

-- einen Schmelzpunkt von höchstens 150°C und

15 -- einen Dampfdruck bei einer Temperatur von 20°C von höchstens 1 mbar aufweist,

unter Bildung einer Trennphase sowie

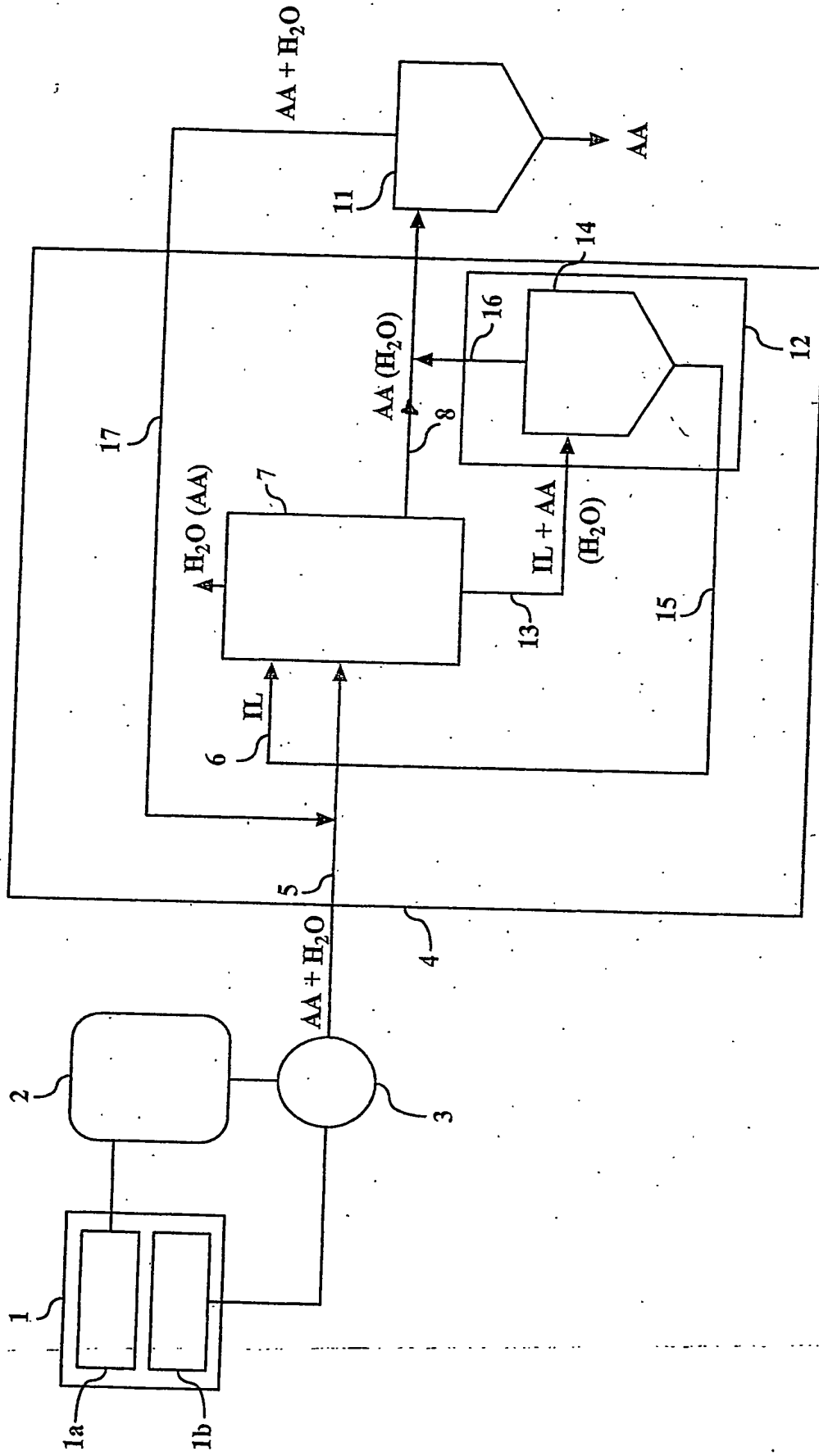
- Abtrennen des Monomers aus dieser Trennphase,

20 eine Vorrichtung zur Herstellung eines Monomers, die Verwendung von Zusatzstoffen zur Abtrennung von einem Monomeren aus einer Monomer-haltigen Zusammensetzung, die durch das erfindungsgemäße Verfahren erhältlichen Monomere, chemische Produkte beinhaltend dieses Monomer sowie die Verwendung dieses Monomers in oder zur Herstellung von chemischen Produkten.

25

Fig. 1

Fig. 1



2/3

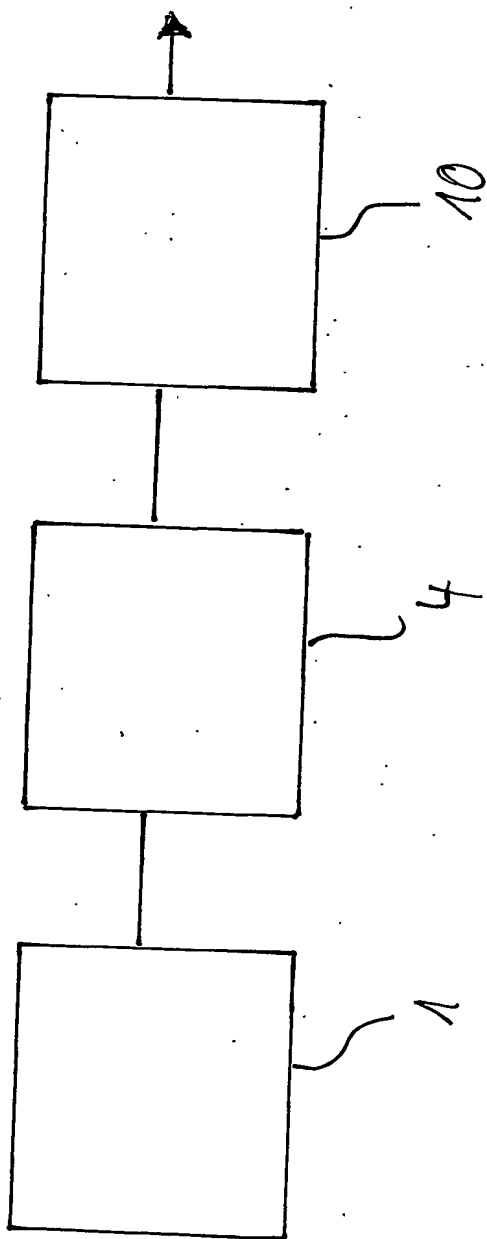


Fig. 2

3/3

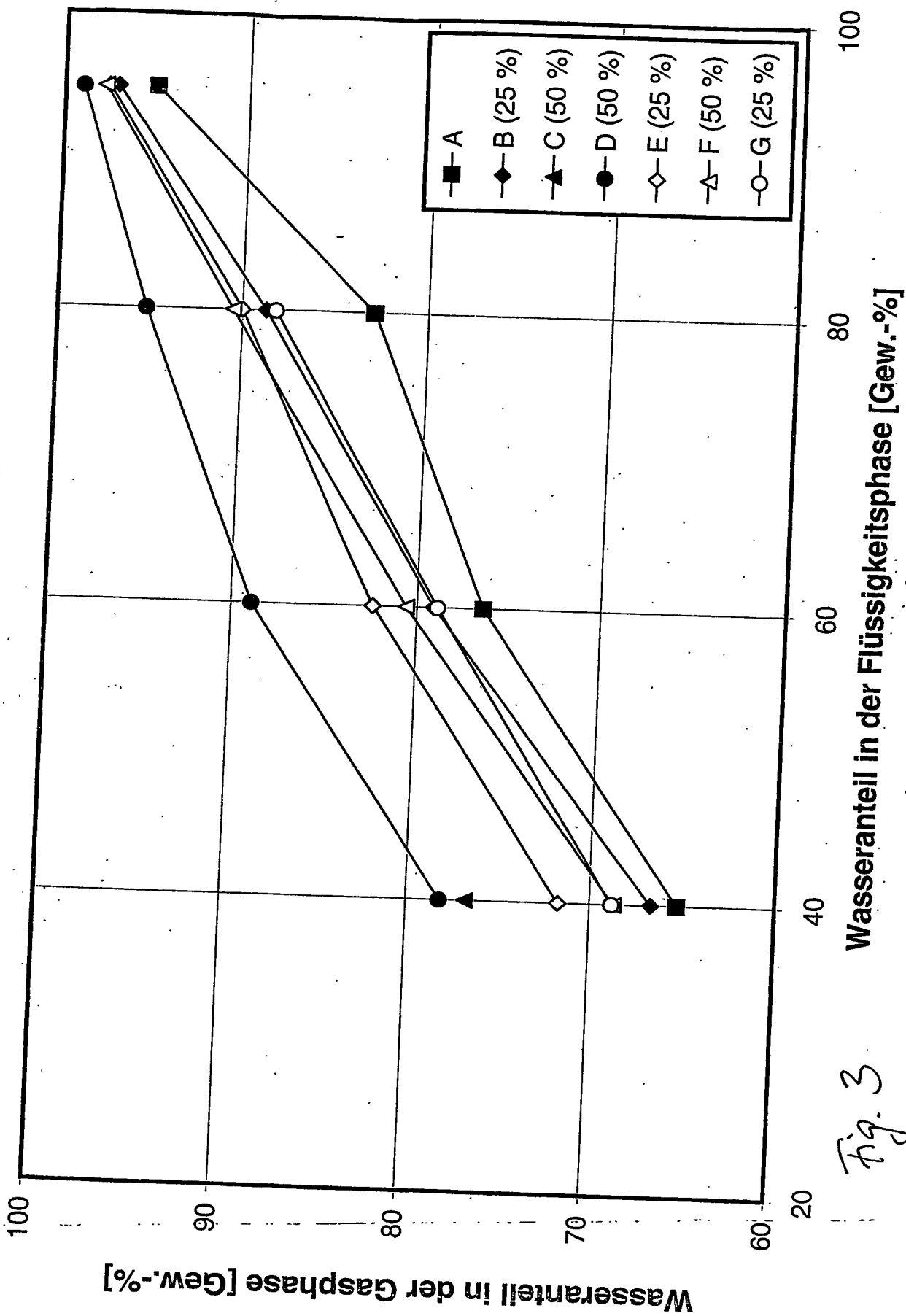


Fig. 3

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**